



universität
wien

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

Wachstum von Silber-Ausscheidungen
in Aluminium unter Last und Temperatur

angestrebter akademischer Grad

Magistra der Naturwissenschaften (Mag. rer.nat.)

Verfasserin:	Johanna-Masume Akbarzadeh Moghadam
Matrikel-Nummer:	0326041
Studienrichtung:	A411 Physik
Betreuer:	Ao. Univ.-Prof. Mag. Dr. Herwig Peterlik

Wien, am 20.10.2009

Zusammenfassung

Die Temperaturabhängigkeit des Ausscheidungswachstums wurde an zwei Legierungen Al-2at%Ag und Al-6at%Ag untersucht. Es wurde die Änderung der Radien und der Abstände der Ausscheidungen einmal mit Hilfe des „Guinier Fits“ und einmal mit Hilfe des „Hard-Sphere-Modells“ bestimmt, graphisch dargestellt und verglichen.

Um das Experiment zu realisieren, wurde im Rahmen der Diplomarbeit ein Ofen entwickelt, der in eine Zugmaschine einbaubar und röntgendurchlässig ist. Damit war es möglich, die Probe während eines Zugversuches zu beheizen, um eine eventuelle Änderung in der Ausscheidungsform in Abhängigkeit einer von außen angelegten Kraft und einer Temperatur zu untersuchen. Es wurde festgestellt, dass im Rahmen der Auflösungsgrenze von etwa 1% keine messbare Änderung in der Form stattfindet.

Alle Versuche wurden in der Röntgenkleinwinkelanlage „NANO-STAR“ der Firma *Bruker-AXS* durchgeführt.

Abstract

The temperature dependence of the precipitation growth was investigated by two alloys: Al-2at%Ag and Al-6at%Ag. Changes in radii and the mean distance between the precipitations were, firstly, determined by „Guinier-fits“ and afterwards by using the „Hard-Sphere-Model“. The results of both calculation methods are depicted in graphics and are compared with each other.

To realize the experiment, an X-Ray transparent furnace was developed which could be mounted on the tensile machine. Due to this furnace, the investigation of the precipitations' shape modification in dependence of external load and temperature was possible. It was found out that there were no measurable changes in shape within a resolution limit of 1%.

All experiments were carried out in the Small Angle X-ray Scattering-machine „NANO-STAR“ by Bruker-AXS.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	i
1 Motivation	1
2 Grundlagen	5
2.1 Kontinuierliche Ausscheidung	5
2.1.1 Keimbildung	7
2.1.2 Wachstum und Vergrößerung	7
2.1.3 Faktoren, die die Form der Ausscheidungen bestimmen	8
2.2 Theorie der Röntgenbeugung	11
2.2.1 Kristallstruktur - Reziprokes Gitter - Miller Indizes	11
2.2.2 Bragg-Bedingung	12
2.2.3 Laue-Gleichungen	13
2.2.4 Absolute Intensität	14
2.3 SAXS (Small Angle X-ray Scattering)	17
2.3.1 Das Porodgesetz ($q \rightarrow \infty$)	18
2.3.2 Guinier-Gesetz ($q \rightarrow 0$)	19
2.4 Elastizitätstheorie	19
3 Messapparatur	23
3.1 Zugmaschine	23
3.2 Öfen	27
3.3 Röntgenkleinwinkelanlage	28
4 Experimenteller Teil	31
4.1 Probenherstellung und Präparation	31
4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung	34
4.2.1 Aufnahme der Streubilder	34
4.2.2 Kalibration	34
4.2.3 Integration der Streubilder	35
4.2.4 Hintergrundkorrektur	37
4.2.5 Guinier-Fit	38
4.2.6 Das Hard-Sphere-Modell	42

Inhaltsverzeichnis

4.3	Die Experimente	46
4.3.1	Temperaturmessungen	46
4.3.2	Lastmessungen	46
5	Ergebnisse	49
5.1	Temperaturmessungen	49
5.1.1	Al-2at%Ag bei 120 °C	49
5.1.2	Al-2at%Ag bei 150 °C	55
5.1.3	Al-2at%Ag bei 190 °C	60
5.1.4	Al-2at%Ag bei 220 °C	65
5.1.5	Al-6at%Ag bei 150 °C	70
5.1.6	Al-6at%Ag bei 165 °C	75
5.1.7	Al-6at%Ag bei 190 °C	79
5.2	Lastmessungen	83
5.2.1	Al-2at%Ag bei 150 °C unter 6 N Last	84
5.2.2	Al-2at%Ag bei 150 °C unter 10 N Last	85
5.2.3	Al-2at%Ag bei 190 °C unter 4 N Last	86
5.2.4	Al-2at%Ag bei 190 °C unter 5 N Last	86
5.2.5	Al-2at%Ag bei 200 °C unter 7 N Last	89
6	Diskussion	93
6.1	Temperaturmessungen	93
6.2	Lastmessungen	99
6.3	Ausblick	99
A:	Technische Zeichnungen	101
	Danksagung	111
	Lebenslauf	113

1 Motivation

Die Eigenschaften von Metallen beschäftigen die Menschheit seit der Bronzezeit. Während man sich damals weitestgehend nur für mechanische Eigenschaften wie Bruchfestigkeit und Härte interessierte, interessieren wir uns heute auch für die physikalischen Eigenschaften wie elektrische und Wärmeleitfähigkeit der Metalle. Wir verdanken den technischen Fortschritt unserer Zivilisation den vielen Eigenschaften der Metalle. Ohne diese wären nicht nur Gebiete wie Elektrotechnik, Maschinen- und Flugzeugbau undenkbar, sondern auch ganz alltägliche Gegenstände wie ein Messer oder eine Nadel.

Eine wichtige Eigenschaft der Metalle ist ihre Fähigkeit, Legierungen auszubilden. Unter einer metallischen Legierung versteht man ein kompaktes Gemisch von Metallen mit Metallen oder von Metallen mit Nichtmetallen. Bei der Legierungsbildung können sich gewisse Eigenschaften der Legierungspartner auf die Legierung übertragen und so zur Verbesserung dieser Eigenschaften beitragen. Manche Eigenschaften entstehen aber auch erst bei der Legierungsbildung selbst.

Es können sich bei der Legierungsbildung unter anderem die mechanischen Eigenschaften der Legierungspartner ändern. So kann die entstandene Legierung eine höhere Streckgrenze aufweisen, was auf eine höhere Zugfestigkeit hindeutet. Die Legierung kann härter und/oder duktiler werden als ihre Legierungspartner. Der Grund für diese Eigenschaftsänderungen ist, dass die gelösten „Fremdatome“ in der Legierung das Wandern der Versetzungen, die das Fließverhalten bestimmen, blockieren. Es können sich natürlich auch physikalische Eigenschaften wie elektrische Leitfähigkeit ändern. Der elektrische Widerstand eines Reinmetalls wird ja bekanntlich durch jede Abweichung von der Periodizität des Gitters erhöht. Die Periodizität des Gitters kann unter anderem durch Einbau von „Fremdatomen“ gestört werden. Diese „Störungen“ können den Elektronenfluss blockieren und daher nimmt der Widerstand zu [1].

Man unterteilt Legierungen an Hand der Mischbarkeit der Legierungspartner in drei Gruppen [2]:

- Kristallgemische: völlige Unmischbarkeit der Legierungspartner im festen

1 Motivation

Zustand.

- Mischkristalle: völlige Mischbarkeit der Legierungspartner.
- intermetallische Verbindungen: begrenzte Mischbarkeit der Legierungspartner.

Zu den wichtigsten und meist verwendeten Legierungen zählt mit Sicherheit Stahl. Stahl ist eine Legierung zwischen Eisen und Kohlenstoff, die durch Wärmebehandlungen und Kaltverformung ihre gewünschte Eigenschaft erhält. Stähle können sehr weich und dafür ausgezeichnet verformbar oder sehr hart und dafür spröde hergestellt werden. Je höher der Kohlenstoffgehalt des Stahls wird, desto fester, aber spröder wird er. Wie man sieht, sind die Eigenschaften der Legierungen nicht nur von den einzelnen Legierungspartnern, sondern auch von den jeweiligen Konzentrationen abhängig.

Es existieren auch keramische Materialien, wie zum Beispiel Oxide oder Carbide als Verbindung zwischen einem Metall und einem Nichtmetall. Diese Materialien verbinden die Vorteile der Festigkeit bei hohen Temperaturen, die Stabilität und die Oxidationsbeständigkeit der keramischen Verbindung mit der Festigkeit des Metalls.

Ziel der Materialforschung ist es, „gute“ Eigenschaften einzelner Materialien zu kombinieren und daraus neue Materialien, so genannte Verbundwerkstoffe herzustellen. Aber um bestimmte Eigenschaften bis ins Detail verstehen zu können, muss die Struktur bereits bestehender Materialien bzw. ihre Strukturänderung unter bestimmten Umständen wie z. B. Temperaturschwankungen oder der Anwesenheit externer Kräfte, untersucht werden.

Eine gute Möglichkeit zur zerstörungsfreien Strukturuntersuchung bietet unter anderem die Röntgenkleinwinkelstreuung (RKWS). Diese Methode erlaubt es, die Form und die Orientierungen von Partikeln in einem Bereich von 1 - 100 nm zu untersuchen, um dann von den so erhaltenen Informationen auf der Nanoskala Rückschlüsse auf die physikalischen Eigenschaften des Materials zu ziehen.

Es wurde in dieser Arbeit ein Versuch gestartet, nicht nur die Änderung der Struktur einer Probe unter thermischer Behandlung zu untersuchen, sondern auch ihre Reaktion auf eine externe Kraft in-situ zu beobachten. Als Proben wurden, aus Gründen, die im Abschnitt 4.1 besprochen werden, zwei verschiedene Al-Ag Systeme verwendet.

Das zweite Kapitel dieser Arbeit bietet einen kurzen Überblick über die notwendigen theoretischen Grundlagen, die zum Verständnis der Ausscheidungs-
bildung notwendig sind. Außerdem wird ein kurzer Überblick über die Theorie
der Röntgenbeugung und der Röntgenkleinwinkelstreuung gegeben. Im dritten
Kapitel werden die verwendeten Messgeräte und ihre Funktionsweisen bespro-
chen. Das vierte Kapitel behandelt den Vorgang der Probenherstellung und die
Theorie der Auswertung der Streubilder. Im fünften Kapitel werden die Er-
gebnisse der Messungen präsentiert und verschiedene Auswertungsmethoden
vorgestellt. Abschließend bietet das sechste Kapitel eine kurze Diskussion über
die erhaltenen Resultate und einen Ausblick über zukünftige Experimente.

2 Grundlagen

2.1 Kontinuierliche Ausscheidung

Unter Phasenumwandlungen versteht man entweder eine Änderung des Aggregatzustands oder eine Änderung der Modifikation. In dieser Arbeit wird nur auf Phasenumwandlungen, bei denen sich die Modifikation ändert, eingegangen. Dazu zählen unter anderem Ausscheidungs Vorgänge. Ein Ausscheidungs Vorgang ist dadurch charakterisiert, dass sich eine neue Phase aus einer bereits bestehenden Phase ausscheidet, ohne dass diese vollständig aufgebraucht wird:

$$\alpha_1 \rightarrow \alpha_2 + \beta \quad (2.1.1)$$

Ausscheidungs Vorgänge laufen bevorzugt bei Abkühlung ab, weil die Endphase bei tieferen Temperaturen meist stabiler ist als die Ausgangsphase [1].

Die treibende Kraft jeder Phasenumwandlung ist die Minimierung der Differenz der freien Enthalpie ΔG der Anfangs- und Endphase. Der freie Enthalpie-Term setzt sich aus mehreren Anteilen zusammen:

- Volumsanteil
- Oberflächenanteil
- Elastischer Anteil

Zur Berechnung von ΔG betrachten wir zwei Phasen α und β und beziehen die Enthalpiedifferenz einfachheitshalber nur auf das Volumen. Wenn sich in der α -Phase ein kugelförmiges Teilchen der β -Phase bildet, dann gewinnt man einen Beitrag an freier Enthalpie, die proportional ist zum Volumen des gebildeten Teilchens $-\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v$. Es muss sich aber um das Teilchen eine neue Grenzfläche bilden. Dafür muss die Energie $4\pi r^2 \gamma_{\alpha\beta}$ aufgewendet werden, wobei $\gamma_{\alpha\beta}$ die freie Grenzflächenenergie zwischen den zwei Phasen ist.

Daraus ergibt sich für die Differenz der freien Enthalpie:

$$\Delta G(r) = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \gamma \quad (2.1.2)$$

2 Grundlagen

Man erhält aus einer Extremwertbildung der Funktion $\Delta G(r)$ einen Ausdruck für den kritischen Keimradius r^* :

$$r^* = \frac{2\gamma}{\Delta G_v} \quad (2.1.3)$$

und einen Ausdruck für die kritische Keimbildungsarbeit ΔG^* :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3(\Delta G_v)^2} \quad (2.1.4)$$

Das ist jene Arbeit, die man aufwenden muss, um einen kritischen Keim zu bilden. Abbildung 2.1 zeigt die erwähnten Größen schematisch.

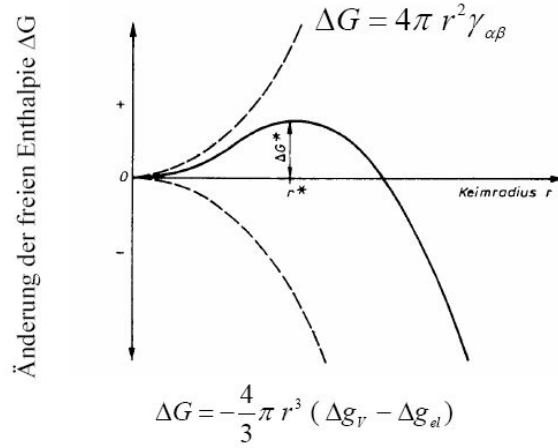


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des kritischen Keimradius und der kritischen Keimbildungsarbeit (aus [1])

Keime mit $r > r^*$ nennt man stabil und sie wachsen in der Regel weiter, Keime mit $r < r^*$ sind instabil und schrumpfen [1].

Im Gegensatz zur spezifischen Grenzflächenenergie γ ist ΔG_v temperaturabhängig:

$$\Delta G_v = \Delta H - T\Delta S \quad (2.1.5)$$

wobei H die Enthalpie und S die Entropie ist. Wenn die Phasen α und β im Gleichgewicht sind, muss $\Delta G_v = 0$ sein. Das impliziert, dass $\Delta H = T_G \Delta S$ sein muss (T_G ist hier die Gleichgewichtstemperatur). Setzt man dies in Gleichung (2.1.2) ein, so erhält man eine neue Beziehung für die freie Enthalpie ΔG_v :

$$\Delta G_v = \frac{\Delta H \cdot \Delta T}{T_G} \quad (2.1.6)$$

2.1 Kontinuierliche Ausscheidung

Diesmal erhält man aus der Extremwertbildung zwei temperaturabhängige Relationen für den kritischen Keimradius und die Keimbildungsarbeit:

$$r^* = \frac{2\gamma \cdot T_G}{\Delta H \cdot \Delta T} \quad (2.1.7)$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3(T_G)^2}{3(\Delta H)^2(\Delta T)^2} \quad (2.1.8)$$

Man beachte die reziproken Abhängigkeiten von der Unterkühlung $\Delta T = T_G - T$.

2.1.1 Keimbildung

Man unterscheidet zwischen homogener und heterogener Keimbildung. Bei der homogenen Keimbildung ist keine Stelle der Ausgangsphase (Matrix) für das Einsetzen der Keimbildung begünstigt. Realistischer ist allerdings die heterogene Keimbildung, bei der die Keimbildung der neuen Phase an Gitterfehlern oder an bereits vorhandenen Grenzflächen einsetzt. Da in der Nähe von Gitterfehlern die Matrix im allgemeinen etwas aufgeweitet ist, ist die notwendige Keimbildungsarbeit niedriger als an einer regulären Matrixposition. Daraus kann man auch schließen, dass man eine geringere Unterkühlung benötigt, damit eine heterogene Keimbildung einsetzt. Man kann im allgemeinen sagen, dass beim Vorliegen von Fremdkeimen die heterogene Keimbildung stets vor der homogenen Keimbildung einsetzt, außer wenn die neue Phase die gleiche Struktur und den gleichen Gitterabstand wie die Ausgangsphase aufweist [1].

2.1.2 Wachstum und Vergrößerung

Bis auf martensitische Umwandlungen (auf die hier nicht näher eingegangen wird) laufen alle anderen Umwandlungen über Diffusion ab. Bei diffusionsgesteuertem Wachstum muss man wiederum unterscheiden, ob die Umwandlung mit (Ausscheidungs Vorgänge) oder ohne eine Konzentrationsverschiebung (Erstarrung reiner Metalle) stattfindet. Bei Ausscheidungs Vorgängen ist es im allgemeinen so, dass sich um den Keim herum noch die übersättigte Matrix befindet, die einen Konzentrationsgradienten darstellt. Damit die Legierung ins „Gleichgewicht“ kommt, muss dieser Konzentrationsgradient abgebaut werden. Dies geschieht, indem sich der Keim mit Atomen aus der Matrix anreichert und wächst. Die Wachstumsgeschwindigkeit eines Keims kann entweder durch die Anzahl der Atome, die über die Phasengrenze treten, oder durch die Anzahl

2 Grundlagen

der Atome, die aus der Matrix zum Einbau in den Keim herangeschafft werden, bestimmt sein [1].

Wachstum und Vergrößerung sind zwei Prozesse, die fast immer parallel ablaufen. Jeder gebildete Keim hat eine Grenzfläche zur Matrix, seine Oberfläche. Das Verhältnis der Grenzflächenenergie zur Volumsenergie der gebildeten Keime soll nun mittels Wachstum und Vergrößerung minimiert werden. Dabei wachsen große Keime auf Kosten der kleineren Keime weiter.

Die klassische Vergrößerungstheorie (LSW-Theorie) wurde von Lifschitz, Slyozov und Wagner entwickelt und beschreibt die zeitliche Entwicklung des Ausscheidungsradius. In diesem Modell wird von einem stark verdünnten System mit sehr kleinem Ausscheidungsvolumen ausgegangen. Die Theorie besagt, dass die Atome von den kleineren Ausscheidungsteilchen abdampfen und durch die Matrix diffundieren, um an größeren Keimen zu kondensieren, wodurch die kleinen Keime zu gunsten der größeren verschwinden. Die wichtigste Erkenntnis der LSW-Theorie ist allerdings, dass für $t \rightarrow \infty$ der mittlere Ausscheidungsradius mit einem Potenzgesetz beschrieben werden kann [3]:

$$R(t) = Kt^{\frac{1}{3}} \quad (2.1.9)$$

2.1.3 Faktoren, die die Form der Ausscheidungen bestimmen

Die Form der Ausscheidungen wird durch das Zusammenspiel mehrerer Faktoren bestimmt. Zu den wichtigsten Faktoren zählen: der Betrag der Grenzflächenenergie zwischen Matrix und Ausscheidung, die Differenz in den elastischen Konstanten und die Kristallstruktur des Gitters [4] [5].

Im allgemeinen kann man sagen, dass die Form der Ausscheidungen durch das Gleichgewicht zwischen der Helmholtzschen Grenzflächenenergie $\Delta F_{\alpha/\beta}$ und der elastischen Helmholtz-Energie ΔF_{el} bestimmt wird. In der Festkörperphysik kann man statt der Gibbschen freien Energie die Helmholtzsche freie Energie benutzen, da das Volumen des Festkörpers in guter Näherung als konstant angesehen werden kann.

In den Frühstadien der Legierungsentmischung, also solange die Ausscheidungen klein sind, wird ihre Form von $\Delta F_{\alpha/\beta}$ bestimmt. Wachsen die Ausscheidungen weiter, so wird irgendwann eine Größe erreicht, wo ΔF_{el} die Oberhand gewinnt und die Form bestimmt.

2.1 Kontinuierliche Ausscheidung

Die Tatsache, dass sich die Form der Ausscheidungen unter elastischen Kräften ändert, wurde von Johnson und Cahn untersucht. Sie haben in einem zwei-dimensionalen Modell herausgefunden, dass bei einer kritischen Größe kreisförmige Ausscheidungen elliptisch werden. Ihre Arbeit war allerdings auf elliptische Ausscheidungen beschränkt. Diese Arbeit wurde von Thomson und Voorhees verallgemeinert [6]. Dabei wurde die Gleichgewichtsform der Ausscheidungen als Funktion eines dimensionslosen Parameters L definiert:

$$L = \delta^2 C_{44} \frac{l}{\sigma_{\alpha\beta}} \quad (2.1.10)$$

Dabei ist L das Verhältnis der elastischen Energie zur Grenzflächenenergie. C_{44} ist eine elastische Konstante des Systems mit kubischer Anisotropie, und $l = \frac{3V^{1/3}}{4\pi}$ ist die Partikelgröße [4].

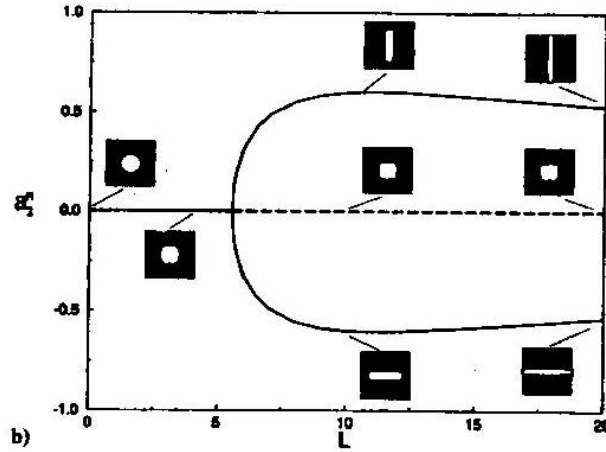


Abbildung 2.2: Zusammenhang zwischen dem dimensionslosen Parameter L und der Ausscheidungssymmetrie (aus [4]).

Abbildung 2.2 zeigt den Zusammenhang zwischen L und der Symmetrie der Ausscheidungen. Auf der y-Achse ist der Parameter a_2^R aufgetragen. Dieser Parameter ist Null, wenn die Ausscheidungsform eine vierfache Symmetrie hat, und ist bei einer zweifachen Symmetrie ungleich Null. Man sieht, wenn die Ausscheidungen klein sind, ist die Grenzflächenenergie der dominante Faktor, der die Form (kugelförmig) bestimmt. Wenn aber L zunimmt, werden die elastischen Kräfte wirksam und führen zu einer Formveränderung (Nadeln oder Platten) [4].

Eine weitere Arbeit, die sich mit der Formveränderung der Ausscheidungen befasst, wurde von H. Gupta et al. publiziert. In dieser Arbeit wurde die

2 Grundlagen

Formveränderung der Ausscheidungen in Ni-Legierungen unter Zug und Druck mittels Monte-Carlo-Simulationen untersucht. Dabei hat sich herausgestellt, dass die Ausscheidungen bei einer Zugkraft „in“ Richtung der Kraftwirkung und bei einer Druckkraft „senkrecht“ zur wirkenden Kraft wachsen [7]. Dieses Erkenntnis wird in Abbildung 2.3 dargestellt.

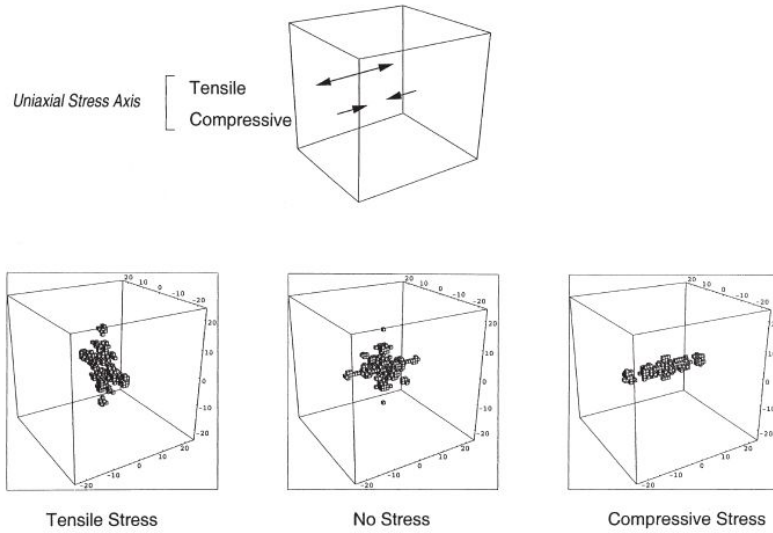


Abbildung 2.3: Strukturfunktion $S(\vec{k}, t)$ für Zug-, Druck- und ohne äußere Kraft (aus [7]).

Es ist zu beachten, dass es sich in Abbildung (2.3) um die Strukturfunktion $S(\vec{k}, t)$ handelt, welche im reziproken Raum dargestellt wird. Dabei ist \vec{k} der Streuvektor und t die Zeit.

2.2 Theorie der Röntgenbeugung

Festkörper werden grob in 2 Gruppen unterteilt: amorphe Festkörper und kristalline Festkörper. Bei den Ersteren handelt es sich um Körper, in denen die Atome und/oder Moleküle ungeordnet über den ganzen Festkörper verteilt sind. Bei kristallinen Festkörpern gibt es, bis auf Gitterfehler, eine periodische und translationsinvariante Anordnung von Atomen und Molekülen. Eine Möglichkeit, Informationen über die Struktur fester Körper zu erhalten, ist die Untersuchung mittels elektromagnetischer Strahlung. Die Wellenlänge der verwendeten Strahlung muss dabei in der Größenordnung der betrachteten Objekte liegen. Dies bedeutet im Falle eines Festkörpers interatomare Distanzen, die in der Gegend von einigen Angström (\AA) liegen. Hierzu eignen sich Röntgenstrahlen also sehr gut.

In dieser Arbeit werden nur kristalline Festkörper betrachtet, so dass nicht näher auf amorphe Körper und ihre Eigenschaften eingegangen wird. Bevor man allerdings die röntgenographischen Untersuchungen auswerten kann, muss man sich einige Grundlagen über das Kristallgitter und die Beugungsphänomene aneignen.

2.2.1 Kristallstruktur - Reziprokes Gitter - Miller Indizes

Bei einem idealen Kristall sitzen die Atome oder Gruppen von Atomen an den Gitterpunkten und bilden die so genannte Basis. Man kann daher 3 fundamentale Basisvektoren \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} als den Abstand eines beliebig gewählten Nullpunkts zu den Nachbaratomen definieren. Die Länge dieser Vektoren liefert die Gitterkonstanten. Aus den Gittervektoren lässt sich der Translationsvektor, der als Ortsvektor zu einem beliebigen Gitterpunkt definiert ist, angeben:

$$T = n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c} \quad (2.2.1)$$

Die kleinste Zelle, die aus den Basisvektoren aufgebaut wird, nennt man Elementarzelle. Da sich ein ganzer Kristall durch Translation der Elementarzelle aufbauen lässt, spricht man auch von einem Translationsgitter. Die gesamte Kristallstruktur besteht also aus dem Translationsgitter und der Gitterbasis [8].

Man kann eine Gitterebene durch mindestens 3 Punkte festlegen, die nicht auf einer Geraden liegen. Die Orientierung einer Ebene wird durch die Schnittpunkte der Ebene mit den Koordinatenachsen festgelegt. Man bildet von den Schnittpunkten die reziproken Werte und bringt diese Brüche auf gemeinsamen Nenner. Die Zähler dieser Brüche ergeben dann ein Zahlentripel, (hkl) , welches

2 Grundlagen

als *Millersche Indizes* bezeichnet wird. Dieses Tripel definiert eine Schar paralleler Netzebenen und die Richtung der Ebenen wird durch die Ebenennormale $n = [hkl]$ festgelegt.

Bei der Strukturuntersuchung von Kristallen hilft man sich, indem man das *Reziproke Gitter* einführt. Das Reziproke Gitter hat die reziproken Basisvektoren \vec{a}^* , \vec{b}^* und \vec{c}^* . \vec{a}^* steht senkrecht auf die durch die realen Basisvektoren \vec{b} und \vec{c} aufgespannte Ebene des Raumgitters. Daraus ergibt sich, dass das reziproke Gitter des kubisch flächenzentrierten Gitters ein kubisch raumzentriertes Gitter ist und umgekehrt. Das reziproke Gitter eines kubisch primitiven Gitters ist wieder kubisch primitiv [8].

Der reziproke Gittervektor

$$\vec{G} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \quad (2.2.2)$$

steht senkrecht auf die Ebene (hkl). Der Betrag von G ist umgekehrt proportional zum Abstand zwischen zwei benachbarten Ebenen der Ebenenschar (hkl) [8]:

$$|G| = \frac{2\pi}{d_{hkl}} \quad (2.2.3)$$

2.2.2 Bragg-Bedingung

Ein monochromatischer Elektronen- oder Röntgenstrahl wird an den Netzebenen eines Kristalls nach dem Braggschen Gesetz gebeugt:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.2.4)$$

Nur wenn der einfallende Strahl mit der Wellenlänge λ unter dem Braggschen Winkel auf die Netzebene auftrifft, kommt es zu konstruktiver Interferenz. Dabei ist $n \in \mathbb{N}$ und d der Netzebenenabstand, der für kubische Gitter mit der Gitterkonstante a aus folgender Formel berechnet werden kann:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.2.5)$$

h, k, l sind die Millerindizes.

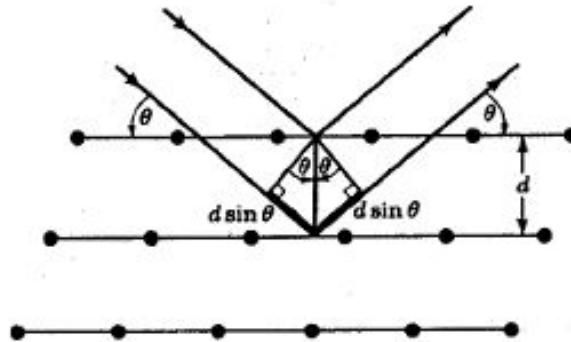


Abbildung 2.4: Schematische Illustration der Braggschen Beugung (aus [9])

2.2.3 Laue-Gleichungen

Die Laue-Beugung unterscheidet sich von der Bragg-Beugung dadurch, dass man für die Laue-Beugung keine monochromatische, sondern spektral kontinuierlich verteilte Strahlung verwendet. Im allgemeinen sind Kristalle dreidimensionale Gebilde, daher ist es notwendig, Vektoren zur Beschreibung der Beugungsphänomene zu verwenden.

Um die Laue-Gleichungen herzuleiten, betrachten wir im ersten Schritt eine eindimensionale Atomkette, wobei die Atome im Abstand a angeordnet sein sollen. Die Richtung des einfallenden Strahls sei k_0 und der einfallende Strahl soll mit der Atomkette den Winkel α_0 einschließen. Analog soll die Richtung des gebeugten Strahls k sein und er soll mit der Atomkette den Winkel α einschließen (siehe Abbildung 2.5).

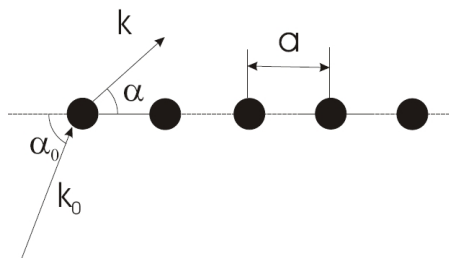


Abbildung 2.5: Schematische Illustration der Beugung an einer Atomkette.

2 Grundlagen

Damit die Wegdifferenz zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge ist, muss folgende trigonometrische Gleichung erfüllt sein:

$$a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) = h\lambda \quad (2.2.6)$$

Im nächsten Schritt betrachten wir eine zweidimensionale Anordnung von Atomen mit dem Gitterabstand a in der einen und b in der anderen Richtung. Wir nehmen diesmal an, dass die Winkel, die einfallender und gebeugter Strahl mit der jeweiligen Gitterebene einschließen, β_0 und β sind. Damit die Teilwellen wieder konstruktiv interferieren, muss nun zusätzlich zur Gleichung (2.2.6) eine zweite Gleichung erfüllt sein:

$$b(\cos \beta - \cos \beta_0) = k\lambda \quad (2.2.7)$$

Eine dritte Gleichung, die bei konstruktiver Interferenz erfüllt werden muss, ergibt sich, wenn man nun einen dreidimensionalen Kristall betrachtet, wobei der Gitterabstand in der dritten Richtung c beträgt:

$$c(\cos \gamma - \cos \gamma_0) = l\lambda \quad (2.2.8)$$

Diese 3 Gleichungen sind die Laue-Gleichungen und betonen die 3-dimensionale Natur der Beugung [10].

Eine zu den Laue-Gleichungen äquivalente Darstellung ist $\Delta \vec{k} = \vec{G}$. Man kann diese Gleichung so interpretieren, dass bei Streuung an einem Kristall nur dann konstruktive Interferenz eintritt, wenn die Änderung des Wellenvektors \vec{k} gleich einem reziproken Gittervektor ist.

2.2.4 Absolute Intensität

Die Bragg-Bedingung gibt nur eine Information über die Position der Reflexe. Uns interessiert aber zusätzlich ihre Intensität. Allerdings weicht die gesamte unter einem Winkel θ gestreute Intensität erheblich von der einfallenden Intensität ab. Im Falle von Röntgenstreuung wird das atomare Streuvermögen praktisch durch die Elektronenhülle bestimmt. Für die Intensität einer gebeugten elektromagnetischen Welle gilt:

$$I \propto E^2 \propto A^2$$

Wobei E die *Feldstärke* und A die *Amplitude* der gebeugten Welle ist.

Die wichtigsten Faktoren, die die Abschwächung der Intensität beschreiben, sind der *Strukturfaktor* und der *Formfaktor*.

- **Strukturfaktor**

Der Strukturfaktor beschreibt die Interferenz zwischen Streuwellen von verschiedenen Atomen der Elementarzelle. Fällt eine elektromagnetische Welle auf ein Atom ein, so werden die Elektronen zur Schwingung angeregt und senden ihrerseits elektromagnetische Wellen aus. Dabei überlagern sich die Wellen jedes Ebenensystems (hkl) und es kommt je nach Phasenbeziehung zu konstruktiver oder destruktiver Interferenz. Die Amplitude der resultierenden Schwingung für eine Einheitszelle wird durch den Strukturfaktor gegeben:

$$F_{(hkl)} = \sum_i f_i e^{2\pi i(hx_i + ky_i + lz_i)} \quad (2.2.9)$$

Als Beispiel betrachten wir ein kubisch flächenzentriertes Gitter mit 4 Atomen pro Elementarzelle. Die Atome sollen an den Positionen $(0, 0, 0)$, $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$, $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$ und $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ sitzen. Setzt man diese Koordinaten in Formel (2.2.9) ein, so erhält man:

$$F_{(hkl)} = f \cdot [1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(k+l)} + e^{\pi i(h+l)}] \quad (2.2.10)$$

Nun kann man mit Hilfe der Relation $e^{n\pi i} = (-1)^n$ folgenden Schluss ziehen: Sind alle Millerindizes (hkl) gerade oder alle ungerade, so ist $F=4f$ (konstruktive Interferenz). Sind hingegen die Millerindizes gemischt, so ist $F=0$ (destruktive Interferenz).

- **Der Formfaktor**

Der Faktor f_i in Gleichung (2.2.9) ist der Formfaktor. Da die Aufenthaltswahrscheinlichkeiten der Elektronen im Atom nicht gleichmäßig verteilt sind, wird die einfallende Strahlung nicht an allen Elektronen gleichzeitig gebeugt und daher kommt es zu Phasenverschiebungen zwischen den gebeugten Strahlen. Der Formfaktor berücksichtigt diese Phasendifferenzen. Er ist somit ein Maß für die Streukraft eines beliebigen Atoms in der Elementarzelle. Man kann den Formfaktor auch als Verhältnis der Strahlungsamplitude, die von der tatsächlichen Elektronenverteilung im Atom gestreut wird, zur Strahlungsamplitude, die von einem einzelnen, punktförmigen Elektron gestreut wird, ansehen.

2 Grundlagen

Zusätzlich gibt es noch den Lorentz- und den Polarisationsfaktor. Der Lorentzfaktor fasst verschiedene geometrische Einflüsse zusammen, die von der Aufnahmetechnik bestimmt werden. Der Polarisationsfaktor berücksichtigt den Umstand, dass die in Röntgenröhren erzeugte Strahlen unpolarisiert sind. Allerdings hängt die abgestrahlte Intensität eines Hüllenelektrons von der Polarisationsrichtung ab. Daher muss man, um den Gesamtbeitrag der gebeugten Welle zu erfassen, über gleichberechtigte Polarisationsanteile mitteln. Im Falle reiner Dipolstrahlung ist der Polarisationsfaktor zum Beispiel gegeben durch [2]:

$$P = 1 + \cos^2(2\theta)$$

2.3 SAXS (Small Angle X-ray Scattering)

Röntgenkleinwinkelstreuung (Small Angle X-ray Scattering) erlaubt eine Strukturanalyse von Objekten mit einer Größe zwischen ungefähr 1 - 100 nm. Man unterscheidet zwischen kristallographischer und diffuser Röntgenkleinwinkelstreuung (RKWS).

Die kristallographische RKWS wird zur Untersuchung von periodischen Anordnungen von Atomen oder Molekülen verwendet. Dazu werden die scharfen Braggreflexe bei kleinen Streuwinkeln interpretiert.

Mittels der diffusen RKWS kann man Informationen über Größe, Form und Orientierung von Inhomogenitäten in der Probe erhalten.

Bei der Röntgenkleinwinkelstreuung handelt es sich um elastische Streuung zwischen Röntgenquanten und den Elektronen, d.h. es wird beim Stoß keine Energie, sondern nur Impuls übertragen. Man definiert den Streuvektor \vec{q} als Differenz der Beträge der Wellenvektoren der gestreuten und der einfallenden Welle.

$$\vec{q} = \vec{k}' - \vec{k} \quad |\vec{q}| = \frac{4\pi \sin\theta}{\lambda} \quad (2.3.1)$$

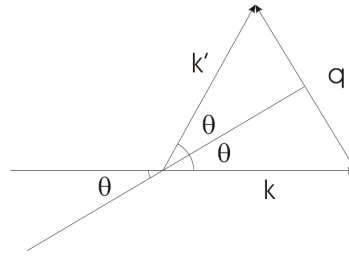


Abbildung 2.6: Definition des Streuvektors (aus [11])

Die Intensität des gestreuten Strahls wird im Experiment als Absolutquadrat der Fouriertransformierte der Streudichte $\rho(\vec{r})$ bezüglich des Streuvektors gemessen und ist gegeben durch:

$$I(\vec{q}, \chi) \propto |A(\vec{q})|^2 \propto \left| \int \rho(\vec{r}) \exp(i\vec{q}\vec{r}) d\vec{r} \right|^2 \quad (2.3.2)$$

Jede Art der Abweichung von einer perfekten Gitterstruktur führt zu zusätzlichen diffusen Streubeiträgen. Misst man diese diffusen Beiträge in der Nähe

2 Grundlagen

des Nullreflexes, spricht man von Kleinwinkelstreuung.

Betrachtet man ein Zweiphasensystem, in welchem die einzelnen Phasen durch ihre Elektronendichte und Volumen charakterisiert sind und scharfe Grenzen aufweisen, so lässt sich die Streuintensität mit den jeweiligen Elektronendichten ρ_α und ρ_β der einzelnen Phasen wie folgt schreiben [11]:

$$I(\vec{q}) = (\rho_\alpha - \rho_\beta)^2 \left| \int_V \exp(i\vec{q}\vec{r}) d^3\vec{r} \right|^2 \quad (2.3.3)$$

Gleichung 2.3.3 stellt die Grundgleichung der Kleinwinkelstreuung dar und besagt, dass die gestreute Intensität im Wesentlichen nur von der Geometrie der beteiligten Phasen abhängt.

Integriert man die Intensität über den gesamten reziproken Raum, so erhält man die Invariante Q:

$$Q = \int q^2 I(q) dq \quad (2.3.4)$$

2.3.1 Das Porodgesetz ($q \rightarrow \infty$)

Voraussetzung ist die Existenz eines Zweiphasensystems. Integriert man die Strukturfunktion $I(q)$ über Kugelkoordinaten, so erhält man das Porodgesetz, welches neben der Bestimmung innerer Grenzflächen die Berechnung des sogenannten Porodradius R_p erlaubt. Der Porodradius ist durch das Verhältnis von Volumen zu Oberfläche der Inhomogenitäten definiert [12]:

$$R_p = \frac{Q}{I(q)} q^{-4} \quad (2.3.5)$$

Dabei ist die Strukturfunktion $I(q)$ gegeben durch:

$$I(q) = P q^{-4} \quad \text{für } q \rightarrow \infty \quad (2.3.6)$$

Wobei P die Porod-Konstante ist. Trägt man q gegen $q^2 I(q)$ auf, so erhält man einen sogenannten Kratky-Plot, woraus sich die Invariante Q bestimmen lässt:

$$Q = \int q^2 I(q) dq \quad (2.3.7)$$

Mit Hilfe der Invarianten Q kann eine weitere Größe, nämlich die Korrelationslänge T, mit Hilfe von $T = \frac{4Q}{P\pi}$, bestimmt werden. Diese Größe hat zum Beispiel

in der Medizin eine große Bedeutung und gibt dort die mittlere Dicke der Mineralkristalle im Knochen an.

2.3.2 Guinier-Gesetz ($q \rightarrow 0$)

Voraussetzung für dieses Gesetz ist die Existenz von isolierten Teilchen der Phase α in der Phase β , wobei der Abstand dieser Teilchen viel größer sein muss als die Größe der Teilchen selbst. In diesem Fall ist die Intensitätsverteilung für kleine q -Werte annähernd gaußverteilt und kann durch:

$$I(q) = I(0) \exp\left(-\frac{q^2 R_g^2}{3}\right) \quad (2.3.8)$$

berechnet werden. Dabei ist R_g in Gleichung (2.3.8) der Trägheitsradius (radius of gyration) der Inhomogenitäten.

Betrachtet man z. B. kugelförmige Ausscheidungen, so kann man den Radius R der Inhomogenitäten über die Beziehung [13] [14]:

$$R^2 = \frac{5}{3} R_g^2 \quad (2.3.9)$$

berechnen.

2.4 Elastizitätstheorie

Ein fester Körper kann unter dem Einfluss äußerer Kräfte seine Gestalt ändern. Je nachdem, ob die Deformation nach dem Beenden der Krafteinwirkung verschwindet oder nicht, spricht man von elastischer oder plastischer Verformung. Solange man sich im elastischen Bereich befindet, ist die relative Formveränderung des Körper proportional zur äußeren Kraft. Man unterscheidet 3 charakteristische Formveränderungen:

1. Hookesches Gesetz: Elastizitätsmodul

Hier ist die charakteristische Formänderung, die der Körper durch Wirken einer äußeren Kraft erfährt, die Längenänderung. Wird ein Körper, der an einem Ende festgehalten wird, senkrecht zu seiner Querschnittsfläche q gezogen, so kann man die wirkende Kraft durch:

$$F = Eq \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.4.1)$$

2 Grundlagen

beschreiben. Belastet man den Körper allerdings über eine bestimmte Grenze (Elastizitätsgrenze) hinaus, so bleibt nach Beendigung der Kraftwirkung eine dauerhafte Formveränderung übrig.

Man definiert für den Fall, dass die Kraft senkrecht auf die Querschnittsfläche wirkt, die Normalspannung:

$$\sigma = \frac{F_{\perp}}{q} \quad (2.4.2)$$

Die relative Längenänderung $\frac{\Delta l}{l_0}$ nennt man auch die Dehnung ϵ . Mit diesen zwei Notationen kann man nun die Gleichung (2.4.1) in die Form umschreiben:

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E} \quad (2.4.3)$$

Dies ist das bekannte Hookesche Gesetz. Die Normalspannung und der E-Modul haben beide die Dimension eines Drucks (Kraft/Fläche) und die zugehörige SI-Einheit $[\text{N}/\text{m}^2]$ heißt Pascal [15] [16].

2. Kompressionsmodul

Wenn statt einer Zugspannung σ ein Druck $p = -\sigma$ auf zwei gegenüberliegende Seitenflächen einer Probe wirkt, so wird die relative Längen- und Volumsänderung der Probe negativ (da ja die Probe zusammengepresst wird), dafür aber nimmt die Querschnittsfläche zu. Innerhalb der Elastizitätsgrenzen gilt, dass die relative Volumsänderung direkt proportional zum äußeren Druck und umgekehrt proportional zu einer Materialkonstante K (Kompressionsmodul) ist:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = -\frac{p}{K} \quad (2.4.4)$$

3. Schubmodul

Wirkt nun die äußere Kraft parallel zur Querschnittsfläche q , so bezeichnet man diese Kraft als Scherkraft und die resultierende Spannung als Scherspannung:

$$\tau = \frac{F_{\parallel}}{q} \quad (2.4.5)$$

Unter dem Einfluss einer Scherspannung werden die Kanten der Probe um einen gewissen Winkel α gekippt. Ist der Scherwinkel α genügend

klein, so gilt ein ähnliches lineares Gesetz wie das Hookesche Gesetz zwischen Scherspannung und Scherwinkel:

$$\tau = G\alpha \quad (2.4.6)$$

die Proportionalitätskonstante G heißt Schermodul und wird auch in der Einheit Pascal angegeben.

Man kann außer den bereits besprochenen Größen noch eine Größe μ , die als Poissonzahl bekannt ist, einführen. Sie ist als das Verhältnis von relativer Querkontraktion $\frac{\Delta d}{d}$ zur Dehnung definiert:

$$\mu = -\frac{\Delta d/d}{\Delta L/L} \quad (2.4.7)$$

Es ist noch sinnvoll zu erwähnen, dass die obigen Formeln nur für isotrope Körper gelten. Unter „*Isotropie*“ versteht man die Richtungsunabhängigkeit einer physikalischen Eigenschaft. Da es bei isotrope Körper nur zwei unabhängige Konstanten geben kann, muss es zwischen allen elastischen Konstanten Relationen geben die sie miteinander verknüpft:

$$\frac{E}{2G} = 1 + \mu \quad (2.4.8)$$

$$\frac{E}{3K} = 1 - 2\mu \quad (2.4.9)$$

$$\frac{2G}{3K} = \frac{1 - 2\mu}{1 + \mu} \quad (2.4.10)$$

3 Messapparatur

3.1 Zugmaschine

Für die Zugversuche wurde die in Abbildung 3.1 gezeigte Zugmaschine verwendet. Sie besteht im Wesentlichen aus 3 Komponenten:

1. Der Schrittmotor
Die Funktion des Schrittmotors besteht darin, die Spannbacken der Zugmaschine kontrolliert auseinander zu bewegen.
2. Die Lastmessdose
Dient dazu, die Kraft anzuzeigen, mit der an der Probe gezogen wird. Die Kraft wird in Newton (N) angegeben und muss später gemäß Formel (2.4.2) in eine Zugspannung umgerechnet werden. Die prinzipielle Funktionsweise einer Lastmessdose ist die folgende: In der Lastmessdose befinden sich mehrere Dehnmessstreifen (DMS), welche unter Einwirkung einer Last ihre Länge verändern. Diese Längenänderung bewirkt eine Widerstandsänderung, welche wiederum in Form eines elektrischen Signals gemessen und in eine Kraft umgewandelt werden kann.
3. Der Wegmesser (LVDT)
Zeigt den Weg an, den die obere Spannbacke der Zugmaschine gefahren ist. Daraus lässt sich die relative Dehnung berechnen.

Natürlich hat das gesamte System (Spannbacken, LMD, usw.) eine gewisse Eigendehnung (Compliance oder Nachgiebigkeit), die eventuell berücksichtigt werden muss. Die Nachgiebigkeit wurde auf zwei verschiedene Arten bestimmt:

1. E-Modul-Bestimmung im Zugversuch:

Dazu wurde Aluminiumoxid verwendet. Dies ist ein keramischer Werkstoff mit einem E-Modul von 339 [GPa]. Der E-Modul der Probe wurde mittels Resonanzverfahren bestimmt. Dazu müssen die Dimensionen und das Gewicht der Probe bestimmt werden. Diese Informationen werden benötigt, um die Dichte der Probe zu berechnen. Um den E-Modul zu bestimmen, wird die Probe in Kohlenstofffaserschleifen aufgehängt



Abbildung 3.1: Die Zugmaschine

und anschließend wird ein breites Frequenzspektrum durch die Probe geschickt. Man bestimmt diejenigen Frequenzen, bei denen die Probe in Resonanzschwingung gerät. Aus den so erhaltenen Resonanzfrequenzen kann man schließlich einen E-Modul und zwei Schermodule bestimmen.

Es wurde eine 70,5 mm lange und 7 mm breite Al_2O_3 -Probe zwischen die Spannbacken der Zugmaschine eingeklemmt und mehrere Zugversuche durchgeführt. Da Aluminiumoxid einen sehr großen E-Modul hat, kann man die Dehnung der Probe vernachlässigen. D. h. die gesamte gemessene Dehnung ist die Dehnung der Backen und der Lastmessdose. Trägt man die Dehnung gegen die auf die Probe wirkende Kraft auf und interpoliert linear, so erhält man aus der Steigung die gesuchte Compliance der Maschine:

$$C_s = (0,33 \pm 0,002) [\mu m/N]$$

Dieser Vorgang ist in Abbildung 3.2 dargestellt.

2. Bestimmung der Gesamtnachgiebigkeit des Systems:

Hier wurde eine Messreihe gestartet, bei der die Gesamtdehnung mit mehreren Aluminiumplättchen verschiedener Länge im Zugversuch ge-

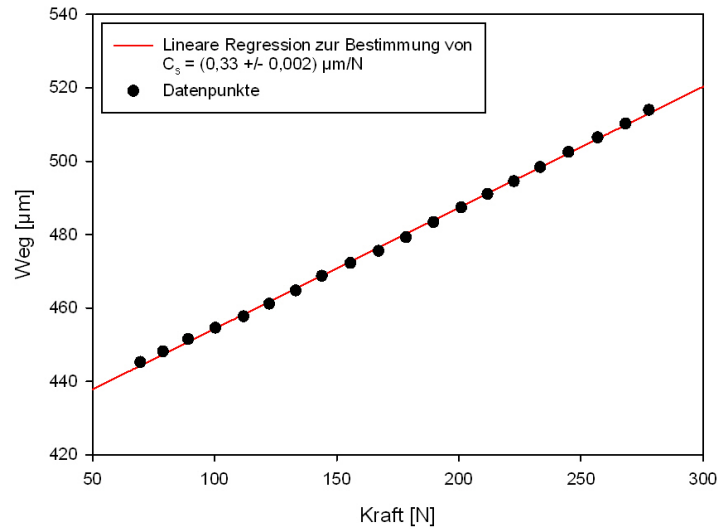


Abbildung 3.2: Lineare Regression zur Bestimmung der Systemnachgiebigkeit C_s

messen wurde. Wie man sich leicht überlegen kann, setzt sich die Gesamtdehnung C_{ges} zusammen aus der Systemdehnung C_s und der Proben-
 endehnung C_p [17]:

$$C_{ges} = C_s + C_p \quad (3.1.1)$$

wobei $C_p = \frac{L}{qE}$ ist. L ist die Länge der Probe, q die Querschnittsfläche und E ist der Elastizitätsmodul der Probe.

Trägt man nun die Gesamtdehnung gegen die Probenlänge auf und extrapoliert gegen $L = 0$, so erhält man die gesuchte Systemdehnung:

$$C_s = (0,87 \pm 0,02) [\mu m/N]$$

Abbildung 3.3 zeigt die lineare Regression zur Bestimmung der Systemdehnung.

Allerdings ist zu beachten, dass diese Methode im Vergleich zu der ersten nicht sehr genau ist, da man viel mehr Datenpunkte (verschieden lange Proben) bräuchte, um einen aussagekräftigen Fit zu machen. Aber hier ging es nur darum, einen ungefähren Schätzwert der Nachgiebigkeit zu bekommen. Dies dient zur Abschätzung, ob die Systemnachgiebigkeit einen wesentlichen Beitrag liefert und berücksichtigt werden muss. Da aber die höchste Belastung bei den Messungen 10 N betrug, ist eine Nachgiebigkeit von 0,33 bzw. 0,87 $\mu m/N$ vernachlässigbar.

3 Messapparatur

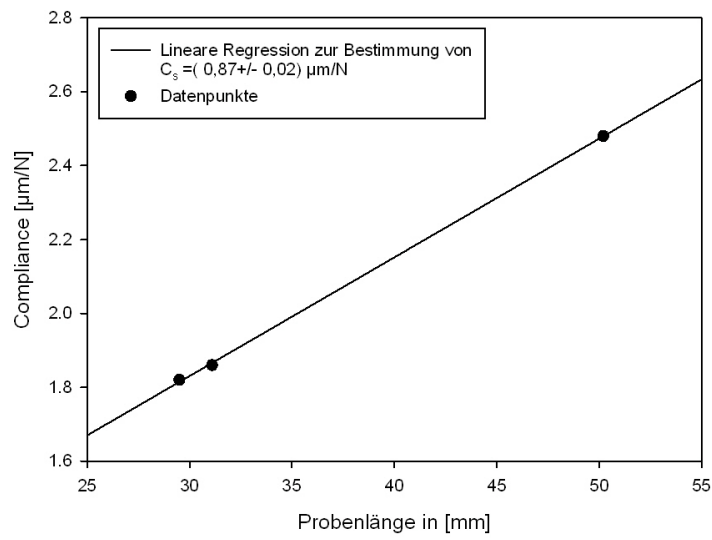


Abbildung 3.3: Lineare Regression zur Bestimmung der Systemnachgiebigkeit C_s

3.2 Öfen

In dieser Arbeit wurden 2 Öfen verwendet: Einer für die reinen Temperaturmessungen und einer für das Beheizen während der Lastmessungen. Der erstere ist ein zylinderförmiger Ofen mit einer Öffnung, durch die der Röntgenstrahl auf die Probe treffen kann. Die Probe befindet sich in einer Halterung, die man von oben in den Ofen einführt. Die Kerntemperatur wird mittels eines Thermoelements in der unmittelbaren Nähe der Probe gemessen.

Der zweite Ofen wurde entwickelt (siehe Anhang), um das Beheizen der Probe während einer Lastmessung zu ermöglichen. Dazu wurde ein U-förmiger Ofen aus PEEK hergestellt. PEEK (PolyEtherEtherKeton) ist ein hochtemperaturbeständiger Kunststoff, der eine Dauergebrauchstemperatur von bis zu 260 °C zulässt. Um den Ofen nach außen zu isolieren, wurden Deckflächen aus Teflon angebracht. Der gesamte Ofen ist auf einer Schiene montiert und ist mittels eines Gelenkarmes in allen Raumrichtungen verstellbar. Der Ofen wird seitlich an der Zugmaschine montiert und von vorne über die Probe geschoben. Das Thermoelement wird, ähnlich wie beim runden Ofen, in Probennähe angebracht, um die Kerntemperatur mit größtmöglicher Genauigkeit zu messen. Abbildungen 3.4 und 3.5 zeigen die verwendeten Öfen.

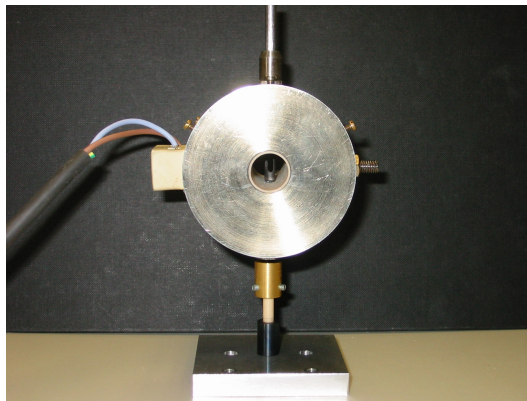


Abbildung 3.4: Zylinderförmiger Ofen, verwendet für die reinen Temperaturmessungen

Beide Öfen sind Widerstandsöfen und werden mit maximal 29 V Wechselspannung betrieben. Der runde Ofen hat einen Widerstand von 18 Ω und braucht im Gegensatz zu dem U-förmigen Ofen, der einen Widerstand von 15 Ω hat, keinen zusätzlichen Lastwiderstand. Der Lastwiderstand des U-förmigen Ofens betrug 470 Ω .

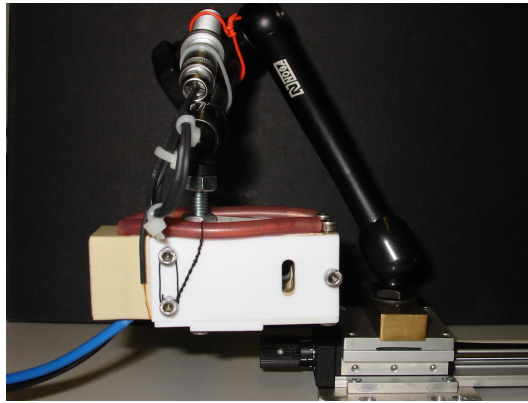


Abbildung 3.5: U-förmiger Ofen, verwendet für die Last- und Temperaturmessungen

3.3 Röntgenkleinwinkelanlage

Zur Aufnahme der Streudaten wurde die Röntgenkleinwinkelstreuanlage „NANO-STAR“ der Firma Bruker AXS verwendet. Sie besteht im Wesentlichen aus vier Komponenten:

1. Eine Röntgenquelle
2. Eine Kollimationsstrecke
3. Eine Probenkammer
4. Ein zweidimensionaler ortsauflösender Detektor

Abbildung 3.6 zeigt die RKWS-Anlage Nanostar.

Der Hochspannungsgenerator zur Versorgung der Röntgenquelle hat eine maximale Leistung von 5.4 kW. Von einer Kathode werden Elektronen emittiert und mittels Hochspannung in Richtung der Cu-Drehanode beschleunigt. Diese Elektronen dringen in das Anodenmaterial ein, wodurch sie die inneren Elektronen des Anodenmaterials rausschlagen (anregen) und die äußeren Elektronen in die dadurch frei gewordenen Plätze hineinfallen können. Dadurch entstehen nicht nur charakteristische Röntgenstrahlen, die eine Wellenlänge von $\lambda_{CuK\alpha} = 0.1542nm$ aufweisen und ein diskretes Spektrum besitzen, sondern auch Röntgen-Bremsstrahlung, welche durch Abbremsung der Elektronen im Feld der Kerne entsteht [10].

Gekreuzte Göbel-Spiegel erzeugen einen weitgehend parallelen Röntgenstrahl, welcher durch 3 Lochblenden geschickt wird. Die erste Blende verkleinert den



Abbildung 3.6: Röntgenkleinwinkelstreuanlage NANO-STAR

Strahl, die zweite lässt nur die $Cu - K_{\alpha}$ Linie durch und die dritte Blende, die etwas größer als die anderen Blenden ist, reinigt den Strahl von parasitärer Streuung an den anderen Blenden [11]. In der Probenkammer befindet sich ein in x,y-Richtung verstellbarer Tisch, auf dem verschiedenste Probenhalterungen montiert werden können (wobei man beachten muss, dass die z-Richtung die Strahlrichtung ist). Außerdem beinhaltet die Probenkammer noch einen kippbaren Glassy-Carbon-Halter, der zur Messung der Transmission zwischen Probe und Detektor geschoben werden kann .

Die letzte Komponente ist der zweidimensionale Detektor vom Typ VANTEC 2000, der eine Auflösung von 2048×2048 Pixel besitzt. Der Abstand zwischen der Probe und dem Detektor ist variabel und kann zwischen 11 cm und 108 cm eingestellt werden. Bei den Messungen in dieser Arbeit betrug der Abstand stets 108 cm.

Ein hochabsorbierender Strahlstopper (Beamstop) ist auf zwei weitgehend röntgentransparenten Drähten vor dem Detektor montiert, um den Primärstrahl auszublenden. Denn wenn der Primärstrahl mit seiner vollen Intensität einfallen würde, könnte der Detektor zerstört werden. Vom Detektor werden die aufgenommenen Streudaten an einem Messcomputer, welcher auch die gesamte Anlage steuert, weitergegeben. Zur Vermeidung von Luftstreuung wird der gesamte Strahlengang und die Probenkammer mittels einer Turbomolekularpumpe auf ca. 10^{-5} mbar evakuiert [11].

4 Experimenteller Teil

4.1 Probenherstellung und Präparation

Zur Untersuchung des Ausscheidungswachstums wurden Al2at%Ag- und Al6at%-Ag-Proben benutzt. Die Probenwahl fiel aus folgenden Gründen auf diese Legierungen:

1. Wegen ihres guten Kontrasts, auch bei sehr kleinem Silbergehalt, sind sie ideal für Röntgenuntersuchungen.
2. Aluminium und Silber haben sehr ähnliche Gitterkonstanten a (siehe Tabelle 4.1) und daher bilden sich nahezu kohärente Ausscheidungen. Das ist vorteilhaft, da man bei der Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des Ausscheidungswachstums Kohärenzspannungen vernachlässigen kann.
3. AlAg-Legierungen wurden schon in sehr vielen Arbeiten untersucht und man kennt daher das Phasendiagramm weitgehend vollständig (siehe Abbildung 4.1). Dies erleichtert die Wahl der Abschreck- und Auslagerungstemperatur [18].

	a [nm]	E-Modul [GPa]	Atommasse [u] ¹	e^- -Konfiguration
Al	0,40495	70	26,98	$[Ne]3s^23p^1$
Ag	0,40853	79	107,8682	$[Kr]4d^{10}5s^1$

Tabelle 4.1: Einige Daten der Legierungspartner

Die AlAg-Proben wurden in einem Induktionsofen hergestellt. Dazu wurden die einzelnen Komponenten unter Schutzatmosphäre geschmolzen. Die Aufgabe der Schutzatmosphäre ist es, die Oxidation des Aluminiums zu verhindern. Danach wurde die fertige Legierung, die in Form eines Zylinders vorlag, in Scheiben geschnitten und auf eine röntgendurchlässige Dicke gewalzt. Für die ideale Dicke der Probe gilt im allg. die Faustregel $d_{id}=(\text{Absorptionslänge})^{-1}$. Für die Al-2at%Ag-Probe ergibt sich damit eine Dicke von etwa $60\text{ }\mu\text{m}$ und für die Al-6at%Ag-Probe eine Dicke von $45\text{ }\mu\text{m}$.

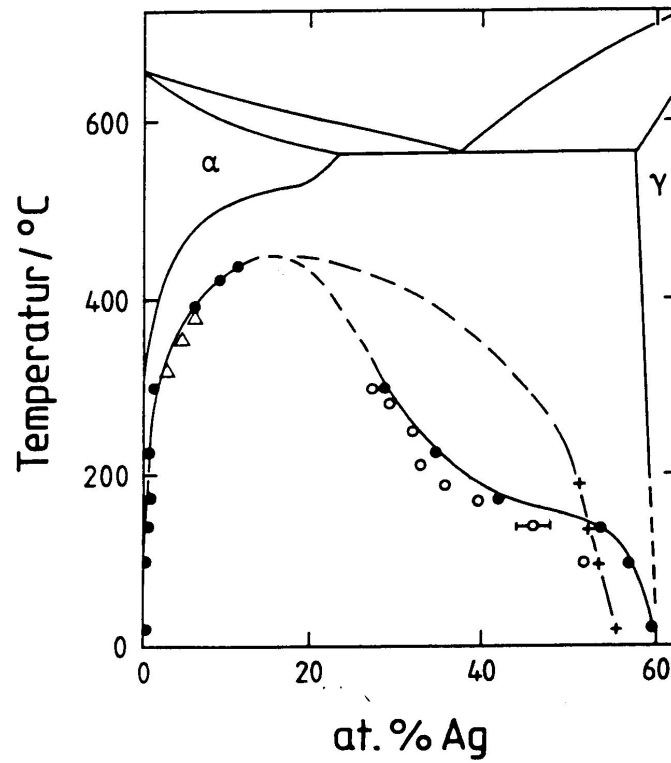


Abbildung 4.1: Ausschnitt aus dem Al-Ag Phasendiagramm. Die metastabile Mischungslücke ist zusätzlich eingezeichnet. Δ nach Borelius, \circ nach Bauer und Gerold, $+$ nach Naudon und Caisso und \bullet nach Osamura et al. [3] [18] [19]

4.1 Probenherstellung und Präparation

Nach dem Walzen haben die Ausscheidungen eine starke Orientierung innerhalb der Probe. Um diese Orientierung aufzulösen, werden die Proben bei 500 °C über mehrere Stunden homogenisiert und, um den homogenen Zustand einzufrieren, anschließend in Öl abgeschreckt. Dieser Vorgang wurde in der in Abbildung 4.2 gezeigten Abschreckanlage durchgeführt.

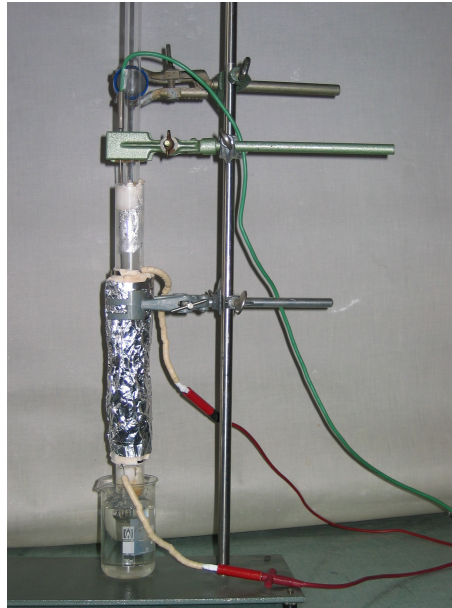


Abbildung 4.2: Abschreckanlage

Die Abschreckanlage besteht aus zwei ineinandergesteckte Quarzröhren. Um das äußere Rohr befindet sich die Heizwicklung. Im inneren Quarzrohr hängt die Probe in einer Probenhalterung, welche durch einen Magneten gehalten wird. Durch das innere Rohr fließt während des Homogenisationsvorganges Argon, um einer Oxidation der Probe vorzubeugen. Nachdem die Probe homogenisiert ist, schwenkt man den Magneten weg und die Probe fällt in einen Behälter mit Öl. Der Grund, warum Öl und nicht Wasser verwendet wurde ist, dass der Wasserdampf, der unweigerlich entsteht, dazu beiträgt, dass die Probe an der Oberfläche leicht oxidiert. Dies führt wiederum dazu, dass die Proben spröde werden und beim Zugversuch reißen.

4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung

4.2.1 Aufnahme der Streubilder

Um die Struktur der Proben zu untersuchen, müssen zuerst Streubilder aufgenommen werden. Dazu werden die Proben in einem Probenhalter in der Probenkammer platziert und ihre Positionen mit einer *Nanography*-Messung bestimmt. Dies ist eine Integralintensitätsmessung, die einmal mit und einmal ohne Glassy-Carbon durchgeführt wird, um später die Transmission der Probe berechnen zu können. Weiß man nun die exakten Positionen, so kann man mit der eigentlichen Messung beginnen.

Man übergibt dem Computer in *SAXS-VANTEC-Online* den Dateinamen, die Koordinaten der Probe und die Messdauer. Die Software steuert die weiteren Messungen vollautomatisch. Die an der Probe gestreuten Intensitäten werden von einem zweidimensionalen Detektor erfasst und die Informationen zum Computer weitergeleitet, wo sie mit Hilfe der *GADDS*-Software dargestellt werden. Nun muss man nur mehr die Streubilder auswerten, um die Informationen über Größe, Form, Orientierung etc. zu erhalten.

Zusätzlich zu den Proben wird eine Silber-Behenat-Probe (AgBeh) gemessen, um den Abstand zwischen Probe und Detektor zu kalibrieren. Außerdem wird eine Leermessung zur Hintergrundkorrektur durchgeführt.

4.2.2 Kalibration

Bevor man die aufgenommenen Streubilder auswerten kann, muss man den Abstand zwischen der Probe und dem Detektor und die Position des Primärstrahls exakt bestimmen. Dies geschieht mittels einer an der selben Stelle wie die eigentlichen Proben gemessenen AgBeh-Probe (Silberbehenat). Da es sich bei AgBeh um ein Pulver mit lamellarer Struktur handelt, bekommt man die für periodische Objekte charakteristischen Streuringe (Debye-Scherrer-Ringe). Ein typisches AgBeh-Streubild ist in Abbildung 4.3 zu sehen.

Die Gitterkonstante von AgBeh ist bekannt und beträgt:

$$a = 58,376\text{\AA}$$

Nun kann man mittels eines Kalibrationsprogramms in unserem Auswertungsprogramm *SAXS-Offline* unter dem Menüpunkt *Process-Calibrate* den gewünschten Abstand und die Position des Primärstrahls bestimmen.

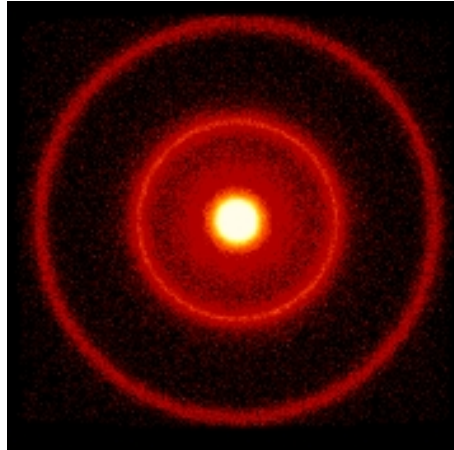


Abbildung 4.3: Abstands-Kalibration mit Hilfe von SilberBehenat

Abstand Probe-Detektor und Position des Primärstrahls werden nun für alle Messungen einer Messreihe übernommen. Dies ist für die korrekte Integration der Streubilder wichtig.

4.2.3 Integration der Streubilder

Die aufgenommene Streuintensität $I(|q|, \chi)$ enthält Informationen über Größe, Form und Orientierung der Teilchen in der Probe. Es existieren zwei verschiedene Integrationsmethoden:

1. Radiale Integration:

Dabei integriert man über den Streuwinkel 2θ , d.h. es wird in konzentrischen Kreisringen mit einer Schrittweite $\Delta(2\theta) = (2\theta)_2 - (2\theta)_1$ integriert. Die Umrechnung in $q = |\vec{q}|$ erfolgt mit $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta$. Aus der 2θ -Integration kann man Informationen über die Größe der Teilchen erhalten (siehe Abbildung 4.4).

2. Azimuthale Integration:

Hier integriert man die Streubilder über den Azimuthalwinkel χ . Dabei wird in Kreissektoren mit bestimmten Winkelschritten $\Delta\chi = \chi_2 - \chi_1$ integriert. Die χ Integration liefert Informationen über mögliche Orientierungen der Teilchen innerhalb der Probe (siehe Abbildung 4.5).

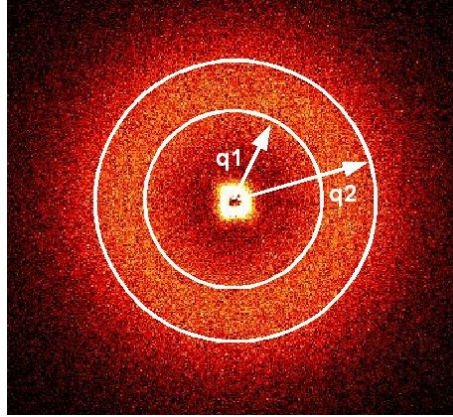


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung einer radialen Integration.

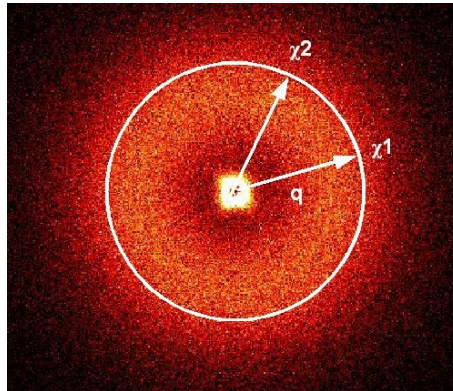


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung einer azimuthalen Integration.

4.2.4 Hintergrundkorrektur

Obwohl die Probenkammer evakuiert ist, sind noch vereinzelt Luftmoleküle bzw. Staubpartikel vorhanden, die unerwünschte Streusignale hinterlassen. Außerdem gibt es immer Streuung an den Blenden und am Beamstop, die man nicht verhindern kann. Um ein „reines“ Streubild der Probe zu erhalten, ist es daher wichtig, diese Störsignale zu eliminieren. Dazu muss allerdings als Erstes die Transmission der Probe bestimmt werden. Obwohl die bei der RKWS verwendeten Proben recht dünn sind, wird ein Teil der Strahlung von der Probe absorbiert. Um die Transmission zu berechnen, verwendet man eine homogene Referenzprobe mit bekannter Transmission (hier Glassy Carbon). Die einzelnen Intensitäten werden bei der Nanography-Messung in einer eigenen Datei abgespeichert und können zur Berechnung der Transmission abgefragt werden. Die Transmission der Probe wird mittels:

$$t = \frac{I_{GC+P} - t_{GC}I_P}{I_{GC} - t_{GC}I_0} \quad (4.2.1)$$

berechnet, wobei:

I_{GC} : Die totale Intensität pro Zeiteinheit der Streuung durch Glassy Carbon

I_P : Die totale Intensität pro Zeiteinheit der Streuung durch die Probe

I_{GC+P} : Die totale Intensität pro Zeiteinheit der Streuung durch Glassy Carbon und Probe

I_0 : Die totale Intensität pro Zeiteinheit der Streuung des Hintergrundes und Glassy Carbons

t_{GC} : Die Transmission von Glassy Carbon ($t_{GC} = 20\%$) ist.

Diese 5 Daten lassen sich aus den gemessenen Daten der Nanography und der Proben bestimmen. Als nächstes werden die aufgenommenen Streudaten vom Hintergrund bereinigt. Die bereinigte Intensität lässt sich auf diese Weise berechnen:

$$I_{bereinigt} = I_{Messung} - I_{Hintergrund} \cdot \frac{t_{Messung} \cdot D_{Messung}}{t_{Hintergrund} \cdot D_{Hintergrund}} \quad (4.2.2)$$

Hier sind $D_{Hintergrund}$ bzw. $D_{Messung}$ die Zeitdauer der Messungen.

4.2.5 Guinier-Fit

Als erste Näherung zur Bestimmung der Größe der Ausscheidungen kann man das Guinier-Gesetz heranziehen. Wie schon in Kapitel 2.3.2 beschrieben, ist das Guinier-Gesetz durch

$$I(q) = I(0) \exp\left(-\frac{q^2 R_g^2}{3}\right) \quad (4.2.3)$$

gegeben.

Trägt man nun q^2 gegen $\ln(I)$ auf, so bekommt man einen linearen Bereich, den man fitten kann. Man erhält aus der Steigung der linearen Regression den Trägheitsradius der Ausscheidungen und kann mit Hilfe der Relation (2.3.9) den Radius R der Ausscheidungen bestimmen. Abbildung 4.6 zeigt einen Guinier-Fit.

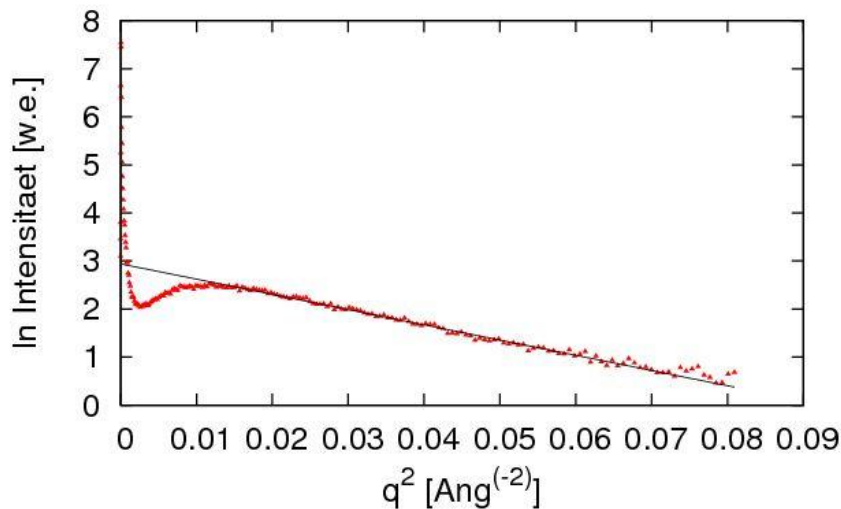


Abbildung 4.6: Guinier-Fit zur Bestimmung des Trägheitsradiuses R_g . Daraus lässt sich der Radius der Ausscheidungen bestimmen.

Diese Methode funktioniert allerdings nur gut, solange die Ausscheidungen nicht sehr groß sind (bis ca. 3nm). Ab dieser Größe wird der lineare Bereich nämlich so klein, dass man keinen aussagekräftigen Fit mehr machen kann. Daher muss man zu anderen Auswertungsmethoden übergehen.

4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung

Die Methode des Guinier-Fits wurde auch verwendet, um eine etwaige Elliptizität der Ausscheidungen nach den Lastmessungen nachzuweisen. Hierfür wurde eine „Cake-Integration“ durchgeführt, dabei wird das Streubild in 36 Kreissektoren mit Öffnungswinkeln von 10° (Azimuthal Bins) und mit jeweils 100 radialen Unterteilungen (Radial Bins) zerlegt und wieder zu einem „Streubild“ zusammengesetzt. In diesem neuen Streubild wird nun die radiale Intensitätsverteilung in Abhängigkeit des Winkels angegeben.

Abbildungen 4.7 und 4.8 zeigen den beschriebenen Vorgang der „Cake-Integration“.

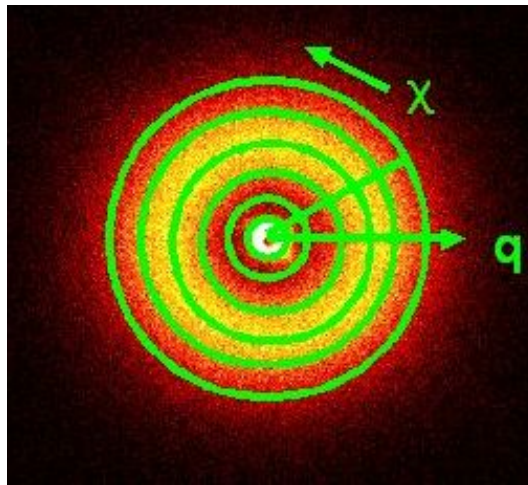


Abbildung 4.7: Schematische Darstellung der Unterteilung des Streubildes für die „Cake-Integration“

Es wird nun jeder Sektor Guinier-geplottet und gefittet und der Radius in Abhängigkeit vom Winkel bestimmt. Liegt eine Elliptizität vor, so muss man bei 90° und 270° einen größeren Radius bekommen.

Was sich noch in erster Näherung leicht berechnen lässt, ist der mittlere Abstand zwischen den Ausscheidungsteilchen. Dies lässt sich mit der Näherungsformel:

$$d = \frac{2\pi}{q_{max}} \quad (4.2.4)$$

bestimmen, wobei q_{max} der q -Wert ist, bei dem die Streukurve ihr Maximum erreicht hat. Dass diese Methode wirklich „nur“ eine Näherung darstellt, ist gut in den Streukurven in Abschnitt 5 zu sehen. Man hat keine scharfen Ma-

4 Experimenteller Teil

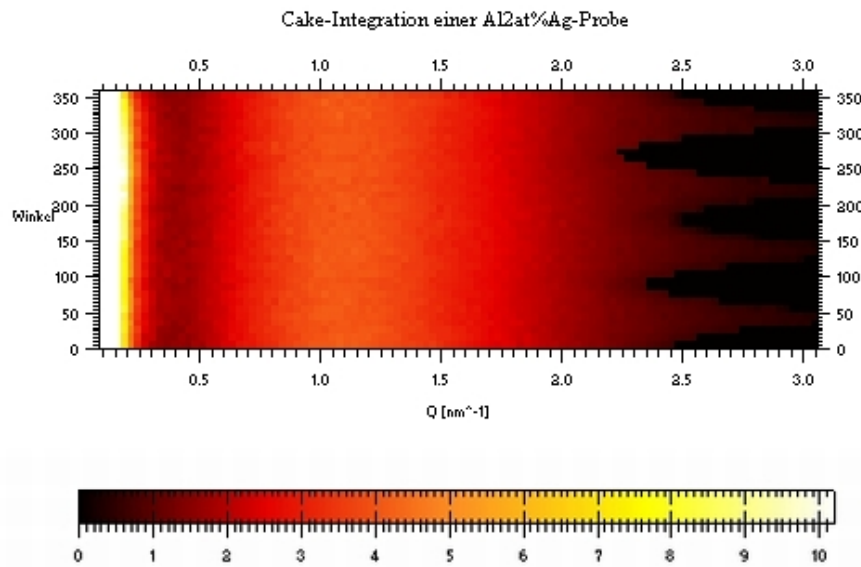


Abbildung 4.8: Das neu zusammengesetzte Streubild nach einer „Cake-Integration“. Die Ausläufer am rechten Bildrand kommen daher, dass man ein kreisförmiges Streubild zu einem rechteckigen neu zusammensetzt.

4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung

xima, daher kann man den Wert des Maximums nicht exakt bestimmen.

Mit der Zeit verschiebt sich das Maximum der Streukurve zu kleineren q -Werten. Dies ist so zu interpretieren, dass mit zunehmenden Radius R auch der mittlere Abstand d zwischen den Teilchen zunimmt.

4.2.6 Das Hard-Sphere-Modell

Da die Methode des Guinier-Fits nur beschränkt anwendbar ist, müssen wir zur Auswertung der Streukurven zu einer zweiten Methode greifen. Dazu verwenden wir das „Hard-Sphere-Modell“. In diesem Modell wird angenommen, dass die Teilchen „harte“ Kugeln mit einem Radius R_{HS} und einem Volumsanteil k sind [20] [21].

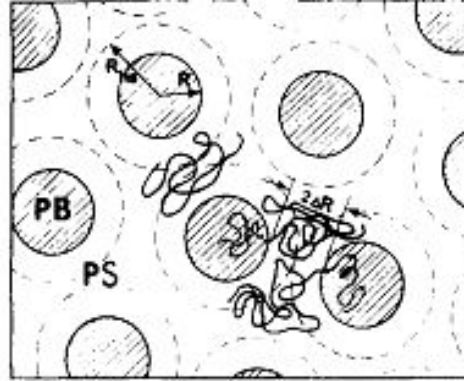


Abbildung 4.9: Schematische Darstellung der Hard-Sphere-Domäne und der Hard-Sphere Wechselwirkung. (aus [21])

Die gefittete Strukturfunktion $S(q)$ lautet wie folgt [20]:

$$S(q) = \frac{1}{1 + 24 k G(A)/(A)} \quad (4.2.5)$$

wobei:

$$\begin{aligned} G(A) = & \alpha \frac{(\sin A - A \cos A)}{A^2} \\ & + \beta \frac{(2A \sin A + (2 - A^2) \cos A - 2)}{A^3} \\ & + \gamma \frac{[-A^4 \cos A + 4 \{(3A^2 - 6) \cos A + (A^3 - 6A) \sin A + 6\}]}{A^5} \end{aligned}$$

dabei ist:

$$A = 2qR_{HS}$$

$$\alpha = (1 + 2k)^2 / (1 - k)^4$$

$$\beta = -6k(1 + k)^2 / (1 - k)^2$$

$$\gamma = k\alpha/2$$

4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung

Wobei hier $G(A)$ der Formfaktor für die Teilchenkorrelation ist. Wie man sieht, enthält die Strukturfunktion $S(q)$ zwei Parameter: Den Hard-Sphere-Radius R_{HS} und einen zweiten Parameter k (Hard-Sphere Volume ratio), welcher die Stärke der Nahordnung beschreibt.

Um die Strukturfunktion zu fitten, wurden die Streudaten doppellogarithmisch aufgetragen (q -Werte gegen Intensität), anschließend die obige Funktion in den Streudaten gefittet und daraus die Werte für Größe und Abstand der Ausscheidungen bestimmt. Dazu wurde das Programm *MATHEMATICA 6.0* verwendet. Abbildung 4.10 zeigt den Hard-Sphere-Fit für eine Al_{20}Ag -Probe bei 220°C .

Ursprünglich war vorgesehen, dass die Streukurven in *MATHEMATICA 6.0* vollautomatisch gefittet werden. Aufgrund numerischer Probleme war dies jedoch nicht möglich, da man für jede Streukurve die Fit-Parameter händisch anpassen muss, um einen exakten Fit zu bekommen. Dies war natürlich sehr zeitintensiv, da der Computer pro Fit ca. 15 min Zeit benötigt hat.

4 Experimenteller Teil

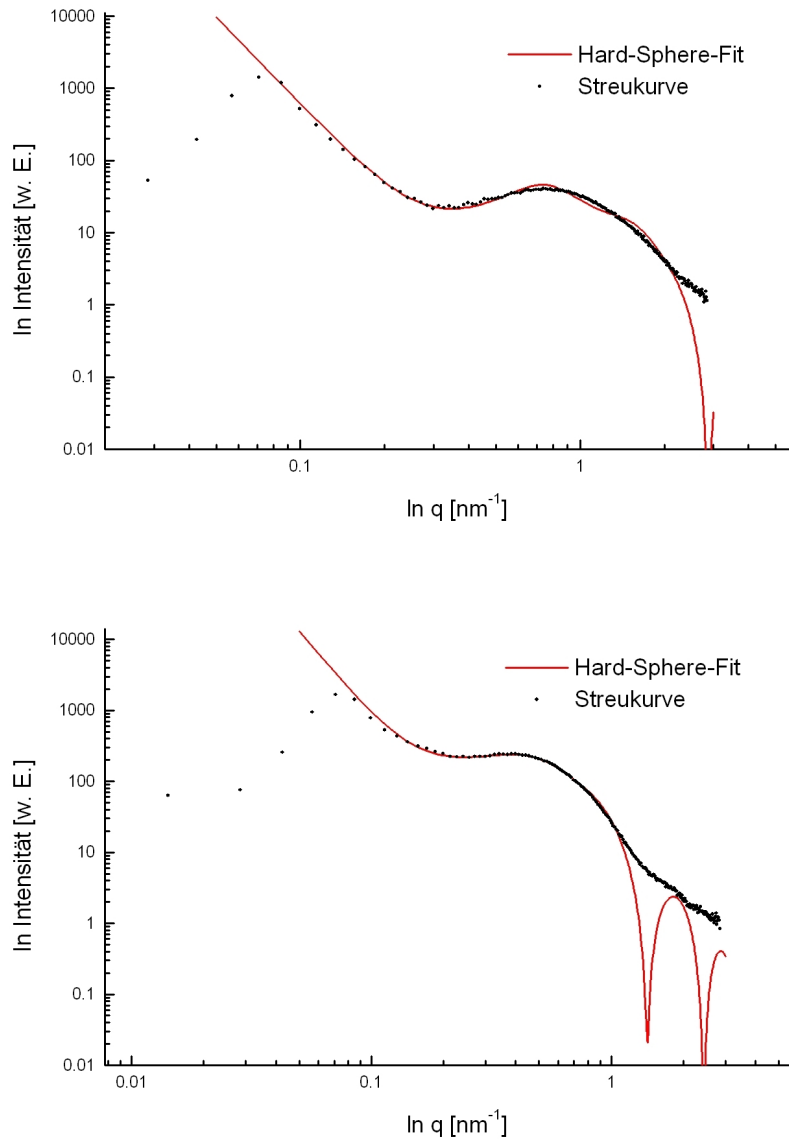


Abbildung 4.10: Hard-Sphere-Fit für einer Al₂at%Ag-Probe bei 220 °C. Oben: Streukurve nach 5 min. Unten: Streukurve nach 60 min.

4.2 Theorie der Durchführung und Auswertung

Eine weitere Methode zur Auswertung der Streudaten wäre, das Fitten der Streukurve mit der Beaucage-Funktion. Diese Funktion stellt ein vereinfachtes Hard-Sphere-Modell dar. Trägt man die bereinigten Streudaten doppellogarithmisch auf, so kann man die Streukurve in zwei Bereiche unterteilen. Der erste Bereich ist für große und kleine Streuvektoren, welches durch ein abfallendes Potenzgesetz beschrieben werden kann, und der zweite Bereich für mittlere Streuvektoren, wo die Streukurve einen Sattelpunkt aufweist. Beaucage hat eine vereinheitlichte Gleichung vorgeschlagen welche die Streuintensität $I(q)$ der beiden Bereiche gleichzeitig beschreibt. Sein Modell umfasst einen Guinier-Bereich, welcher die mittlere Größe der Streuobjekte mit Hilfe des Trägheitsradius beschreibt und einen Bereich mit abfallendem Potenzgesetz, welcher die Masse oder die fraktale Natur der Streuobjekte beschreibt [22].

Die vereinheitlichte Funktion, die von Beaucage zur Untersuchung von SAXS-Daten vorgeschlagen wurde, lautet wie folgt:

$$I(q) = G \exp\left(-\frac{q^2 R_g^2}{3}\right) + B \left[\frac{(\operatorname{erf}(q R_g / \sqrt{6}))^3}{q} \right]^P \quad (4.2.6)$$

Wobei hier G der Guinier Vorfaktor, R_g der Trägheitsradius der Teilchen, B ein konstanter Vorfaktor der Fraktalen Domänen und $\operatorname{erf}(x)$ die „Errorfunktion“ ist. P ist der Porod Exponent (fraktale Dimension). Im allgemeinen ist $1 < P < 3$ für ein Massen-Fraktal und zwischen $3 < P < 4$ für ein Oberflächen-Fraktal. Fraktale besitzen die Eigenschaft, dass ihre Struktur unabhängig von der Längenskala, auf der sie betrachtet werden, gleich aussieht (Skaleninvarianz). Als Massen-Fraktal bezeichnet man zweikomponentige, in der Regel poröse Objekte, die aus Einzelteilen nach dem Prinzip der Selbstähnlichkeit aufgebaut sind. Oberflächenfraktale sind im Gegensatz zu Massenfraktalen kompakte Teilchen mit einer rauen, selbstähnlichen Oberflächenstruktur [15].

Ähnlich wie beim Hard-Sphere-Modell wurde auch von Beaucage eine Funktion zur Beschreibung des Strukturfaktors $S(q)$ vorgeschlagen, welche die Teilchen-Teilchen-Wechselwirkung abhängig vom Teilchenabstand d und dem Korrelationsfaktor k_1 beschreibt [23]:

$$S(q) = \frac{1}{1 + k_1 \theta(q)} \quad (4.2.7)$$

wobei $\theta(q)$ der Formfaktor für die Teilchenkorrelation ist:

$$\theta(q) = 3 \frac{\sin(qd) - qd \cos(qd)}{(qd)^3} \quad (4.2.8)$$

4.3 Die Experimente

4.3.1 Temperaturmessungen

Es wurde im Rahmen dieser Arbeit die Temperaturabhängigkeit des Ausscheidungswachstums von Al₂at%Ag- und Al₆at%Ag-Proben untersucht. Dazu wurden die Proben, wie in Abschnitt (4.1) beschrieben, hergestellt und im runden Ofen bei verschiedenen Temperaturen untersucht.

Vor der eigentlichen Messung wurde der Ofen in die Vakuumkammer eingebaut und der Abstand zwischen der fixen Ofenposition und dem Detektor mittels einer AgBeh-Probe kalibriert. Anschließend wurde eine Leermessung durchgeführt. Danach wurde die Probe in die Probenhalterung gegeben und die Position der Probe mittels einer Nanography-Messung bestimmt. Aus der Nanography-Messung wurden außerdem die Intensitätswerte zur Bestimmung der Transmission herausgelesen und notiert.

Zuletzt wurden die Messungen selbst durchgeführt. Dazu wurde der Computer mittels eines „*slm*“-files gestartet. Darin wird dem Computer die Position der Probe, die Temperatur bei der gemessen werden soll und die Dauer einer Messung angegeben. Das heißt, nach der Montage und Justierung läuft die Messung vollautomatisch ab. Wie lang jede Probe gemessen wurde, wird im nächsten Kapitel besprochen.

4.3.2 Lastmessungen

Ein anderes Ziel dieser Arbeit war die Untersuchung einer etwaigen Formveränderung der Ausscheidungen unter der Wirkung externer Kräfte. Wie schon in Abschnitt (2.1.3) besprochen, sind die Silberausscheidungen im Aluminium wegen des vernachlässigbar kleinen Misfits zwischen Ausscheidung und Matrix anfangs kugelförmig.

Der Aufbau für die Lastmessungen war erheblich komplizierter als der für die reinen Temperaturmessungen. Es wurden extra dafür Proben zwischen 4,5 und 5 cm Länge hergestellt, was bei der Dünnhheit der Proben eine Herausforderung darstellte. Da die Proben spröde waren, bestand stets die Gefahr, dass sie beim Walzen reißen. Es wurde vor den eigentlichen Messungen, genauso wie bei den Temperaturmessungen, die Distanz zwischen der Probe und dem Detektor geeicht, indem man eine AgBeh-Probe zwischen die Klemmbacken eingeklemmt und die AgBeh Probe vermessen hat. Danach wurden die Proben vorsichtig in die Zugmaschine eingespannt und der U-förmige Ofen von vorne über die

Probe geschoben. Damit die Proben beim Einklemmen nicht abgeschnitten werden, wurden sie mit Alu-Folie umwickelt. Die weitere Vorgangsweise verlief analog zu der Temperaturmessung: Position suchen, Intensitätswerte für die Transmission bestimmen und Messung mittels „slm“-files starten.

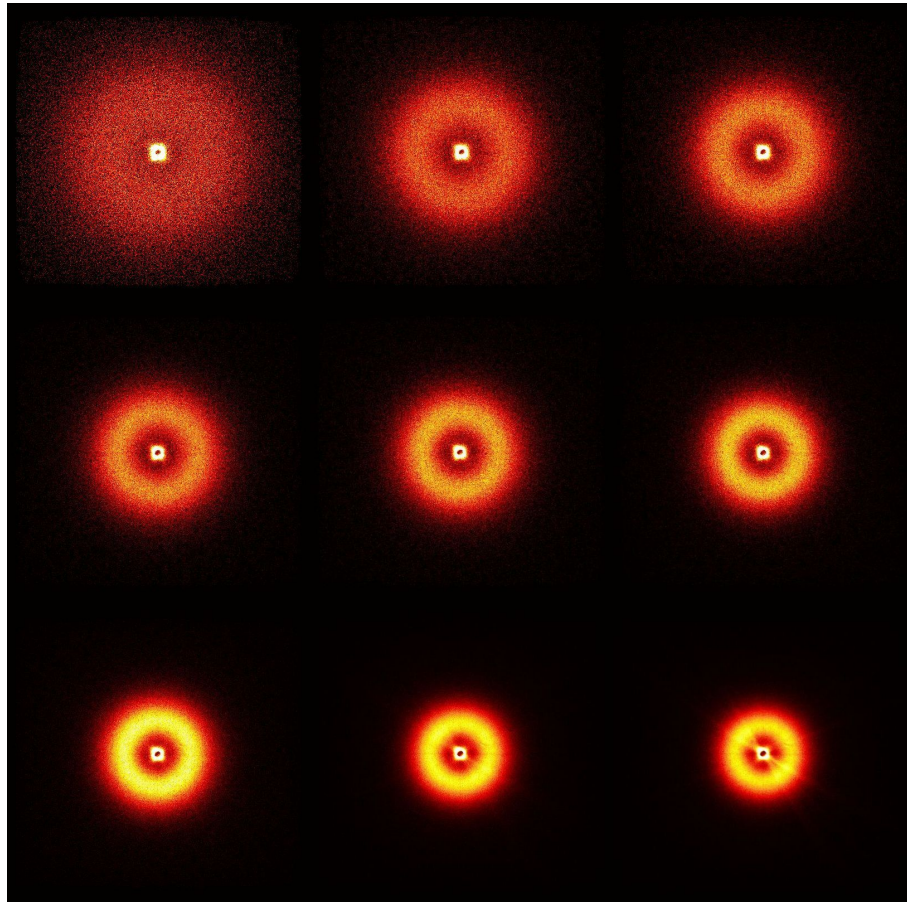


Abbildung 4.11: Zeitliche Entwicklung der Streubilder einer Al₂at%Ag Probe bei 165 °C. Man sieht hier schön, wie sich der breite Streuung immer stärker herausbildet. Die Streubilder sind im reziproken Raum, d. h. wenn der Streuung kleiner wird, wird das Objekt im Realraum größer.

5 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Datenauswertung besprochen. Es wurden für die Temperaturmessungen beide Auswertungsmethoden (siehe Kapitel 4.2.5 und 4.2.6) angewendet und die Ergebnisse verglichen. Für die Lastmessungen wurde aus Gründen, die im nächsten Kapitel besprochen werden, nur die Methode des „Guinier“-Fits angewendet.

5.1 Temperaturmessungen

Die Temperaturabhängigkeit des Ausscheidungswachstums wurde an beiden Legierungen Al-2at%Ag und Al-6at%Ag untersucht. Es wurden die Änderung der Radien und der Abstände der Ausscheidungen einmal mit Hilfe des „Guinier“-Fits und einmal mit Hilfe des „Hard-Sphere“-Modells bestimmt, graphisch dargestellt und verglichen.

5.1.1 Al-2at%Ag bei 120 °C

Als erstes wurde eine Al-2at%Ag Probe bei 120 °C untersucht. Dabei hat sich herausgestellt, dass diese Temperatur für eine deutlich messbare Änderung in der Größe und im Abstand der Ausscheidungen zu niedrig ist. Die Radien der Ausscheidungen nehmen zwar zu, aber so langsam, dass man in einer akzeptablen Zeit keinen Effekt sieht. Abbildung 5.1 zeigt die zeitliche Entwicklung der Streukurven einer Al-2at%Ag-Probe. Wie man sieht, liegen die Maxima der Streukurven, welche ein Indiz für das Wachstum der Ausscheidungen bzw. für die Vergrößerung der Abstände zwischen den Ausscheidungen sind, sehr nahe beieinander.

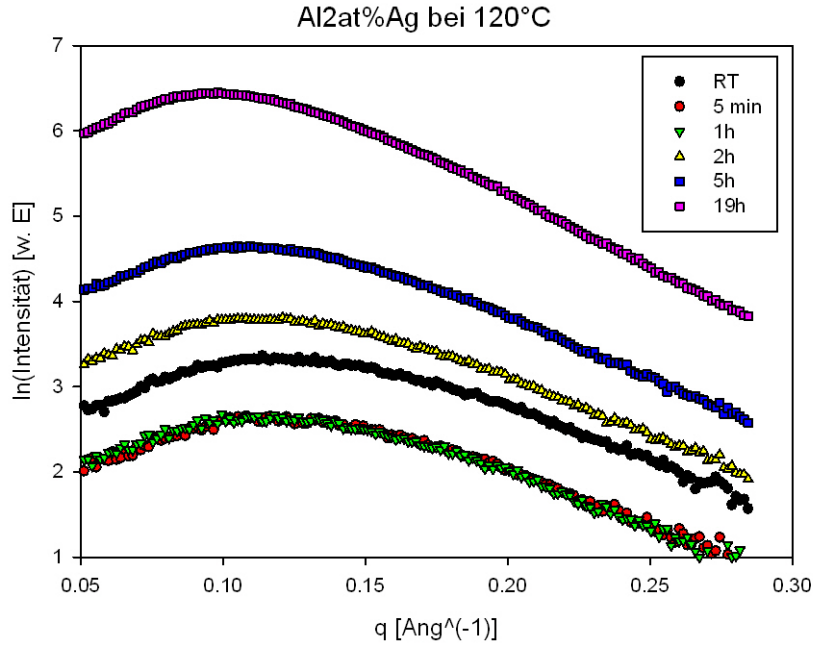


Abbildung 5.1: Ausschnitt aus einigen Streukurven zu verschiedenen Zeiten für eine Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C

Die Tabelle 5.1 zeigt die mittels „Guinier“-Fits bestimmten Werte für die Radien und Abstände. R_g ist der Trägheitsradius, welchen man aus der Steigung der linearen Regression aus dem „Guinier“-Fit erhält. Daraus lässt sich der Radius R der Ausscheidungen mit Hilfe von:

$$R = \sqrt{\frac{5}{3}} R_g \quad (5.1.1)$$

berechnen.

Der mittlere Abstand der Ausscheidungen kann in erster Näherung mit der Formel:

$$d = \frac{2\pi}{q_{max}} \quad (5.1.2)$$

bestimmt werden [24].

Zeit[min]	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
0	9,1	1,2	0,116	5,41
5	9,3	1,2	0,115	5,46
60	9,3	1,2	0,113	5,56
120	9,5	1,3	0,110	5,71
300	10,0	1,3	0,103	6,10
960	11,3	1,5	0,096	6,54

Tabelle 5.1: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 120 °C

Abbildung 5.2 zeigt graphisch die Resultate für die zeitliche Entwicklung der Radien und die mittleren Abstände der Ausscheidungen, die mit Hilfe des „Guinier“-Fits bestimmt worden sind.

Im Vergleich wurden R und d auch mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells bestimmt. Abbildung 5.3 zeigt die zeitliche Entwicklung dieser Parameter. Zusätzlich wurde auch die zeitliche Entwicklung des Parameters k (siehe Abschnitt 4.2.6) bestimmt. Der Parameter k beschreibt im Hard-Sphere-Modell die Stärke der Interaktion zwischen den kugelförmigen Ausscheidungen. Mit anderen Worten gibt der Parameter k an, zu wieviel Prozent in der Umgebung einer Kugel eine andere Kugel zu finden ist.

Die erhaltenen Werte aus beiden Auswertungsmethoden weichen nur leicht voneinander ab. Die Tendenz der Radien- und Abstandszunahme ist sehr ähnlich. Es wird im nächsten Kapitel besprochen, woran das liegen kann bzw. welches Modell wann sinnvoll zu benutzen ist.

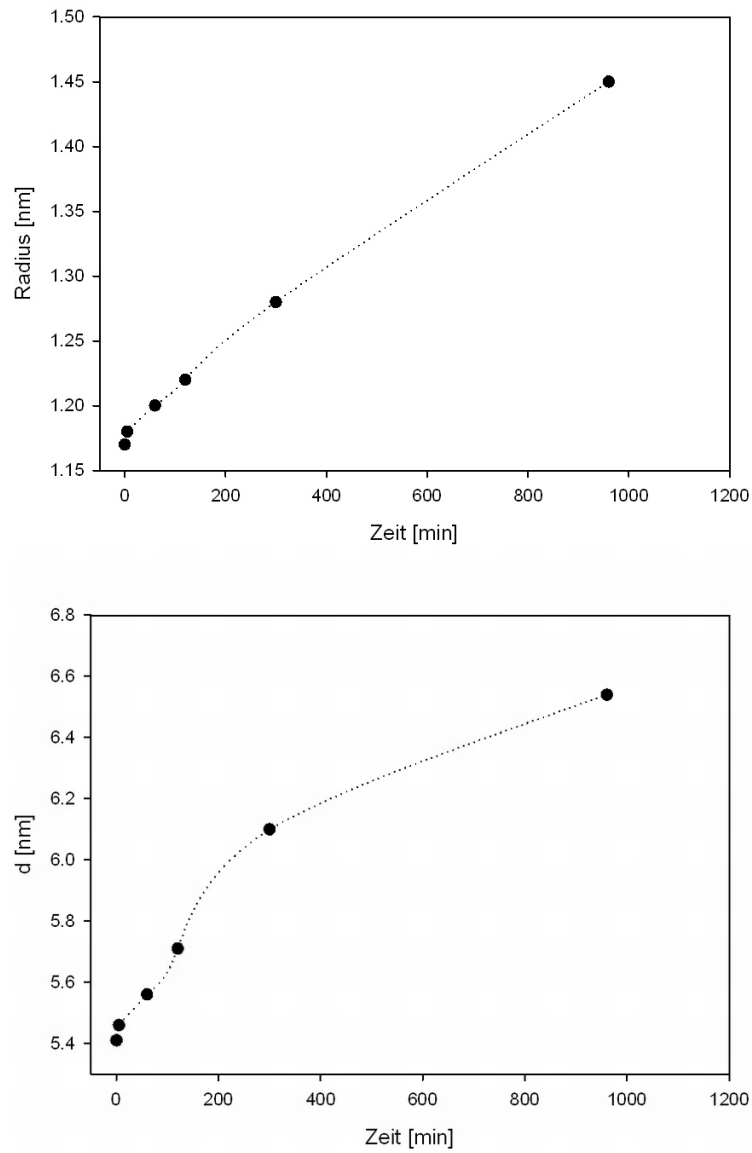


Abbildung 5.2: Resultate aus den Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände einer Al₂at%Ag-Probe bei 120 °C

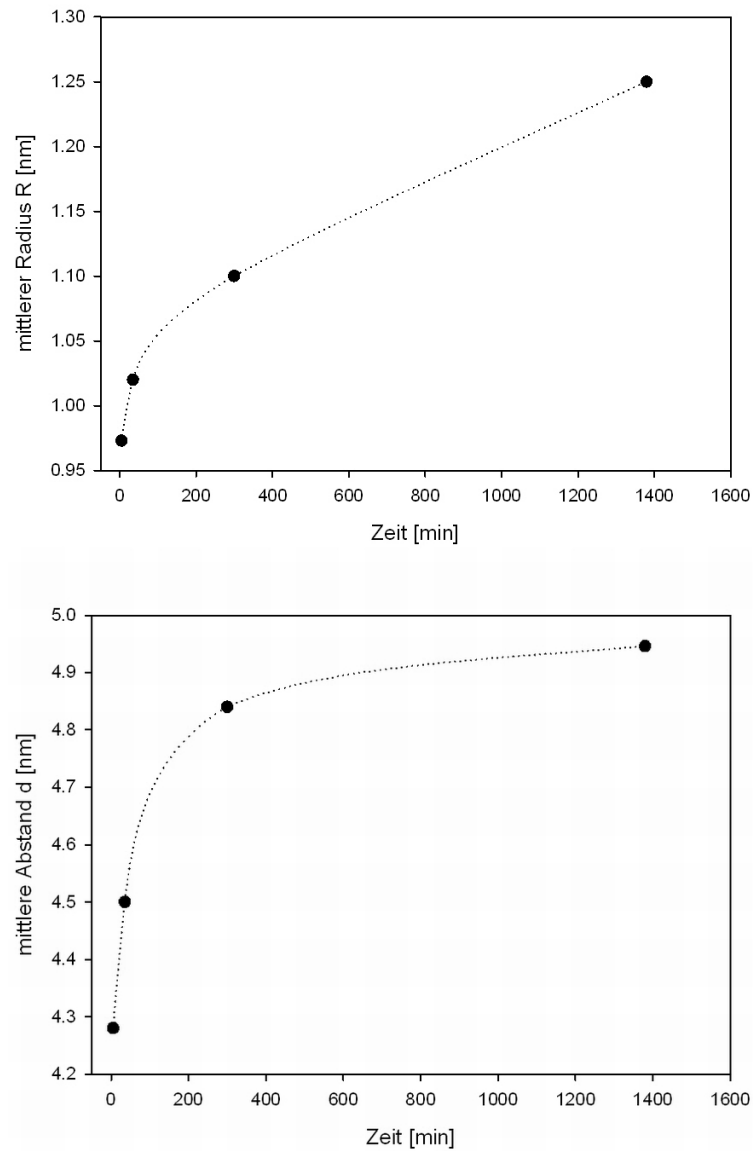


Abbildung 5.3: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung des mittleren Radius und des mittleren Abstands in einer $\text{Al}_{2\text{at}\%}\text{Ag}$ -Probe bei 120°C

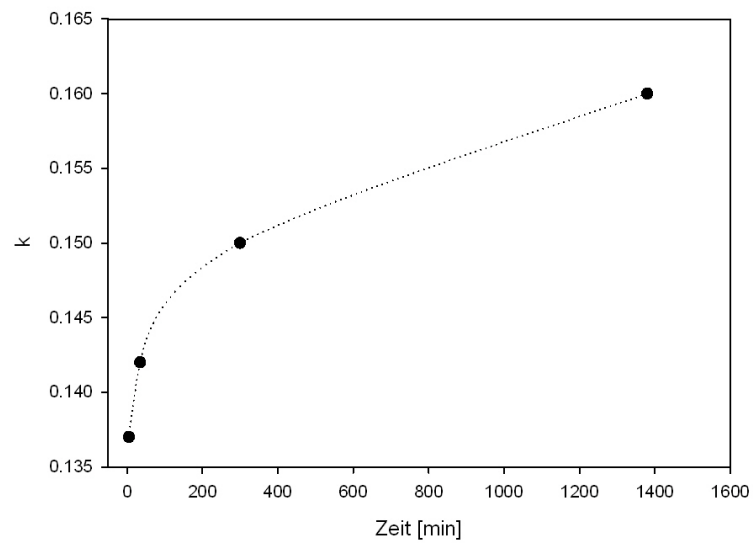


Abbildung 5.4: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung des Parameters k einer $\text{Al}_{2\text{at\%Ag}}$ -Probe bei 120 °C

5.1.2 Al-2at%Ag bei 150 °C

Als nächstes wurde eine Messreihe bei 150 °C gestartet. Abbildung 5.5 zeigt die zeitliche Entwicklung der Streukurven für eine Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C.

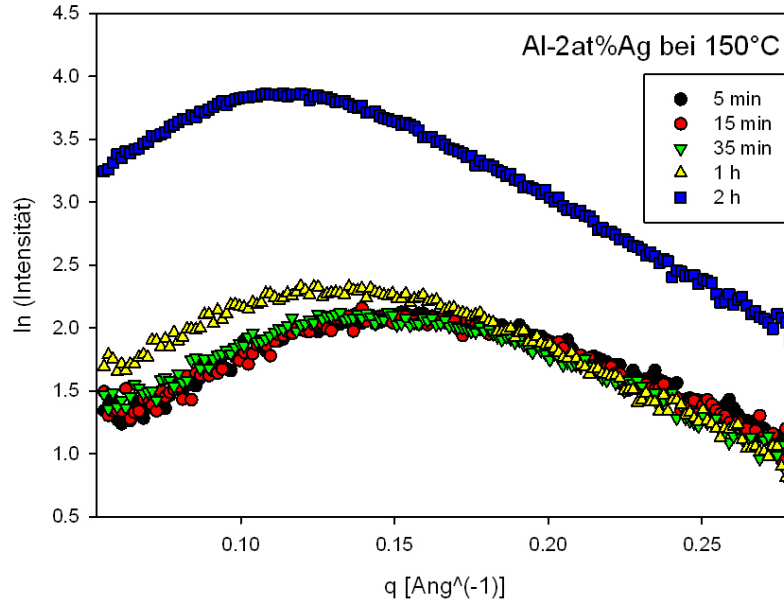


Abbildung 5.5: Ausschnitt aus einigen Streukurven zu verschiedenen Zeiten für eine Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C

Hier sieht man schon eine leichte Verschiebung der Maxima zu kleineren q -Werten. Diese Verschiebung zeigt, dass sich der mittlere Abstand zwischen den Ausscheidungen vergrößert. Die Schwierigkeit in der Bestimmung der Maxima liegt darin, dass es sich um ziemlich breite Maxima handelt, daher gibt es keinen exakten q_{max} -Wert. Um das Maximum angeben zu können, wurde aus allen q -Werten, die in der Nähe des vermuteten Maximums liegen, der Mittelwert gebildet:

$$q_{max} = \frac{\int q I(q) dq}{\int I(q) dq} \quad (5.1.3)$$

Das ist auch der Grund, warum diese Methode nur eine grobe Näherung zur Bestimmung des mittleren Abstandes darstellt.

In der Tabelle 5.2 sind die Werte für die Radien und die mittleren Abstände zusammengefasst. Wie man sehen kann, nimmt der Radius schon innerhalb der ersten 3 Stunden um 0,35 nm und der mittlere Abstand zwischen den Ausscheidungen um etwa 1,6 nm zu.

5 Ergebnisse

Zeit[min]	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
5	7,8	1,02	0,152	4,1
10	7,9	1,03	0,148	4,2
15	8,0	1,04	0,139	4,5
35	8,3	1,07	0,132	4,8
60	8,7	1,10	0,130	4,8
90	9,2	1,20	0,126	5,0
120	9,8	1,30	0,117	5,4
180	10,6	1,40	0,110	5,7

Tabelle 5.2: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 150 °C

Die Radien und die mittleren Abstände wurden mit Hilfe der Relationen 5.1.1 bzw. 5.1.2 berechnet. Die mittels des „Guinier“-Fits erhaltenen Resultate sind in Abbildung 5.6 dargestellt.

Auch hier wurde zum Vergleich das Hard-Sphere-Modell angewandt und man sieht wieder eine leichte Abweichung in den Resultaten. Die zeitliche Entwicklung des Parameters k wird in Abbildung 5.8 gezeigt.

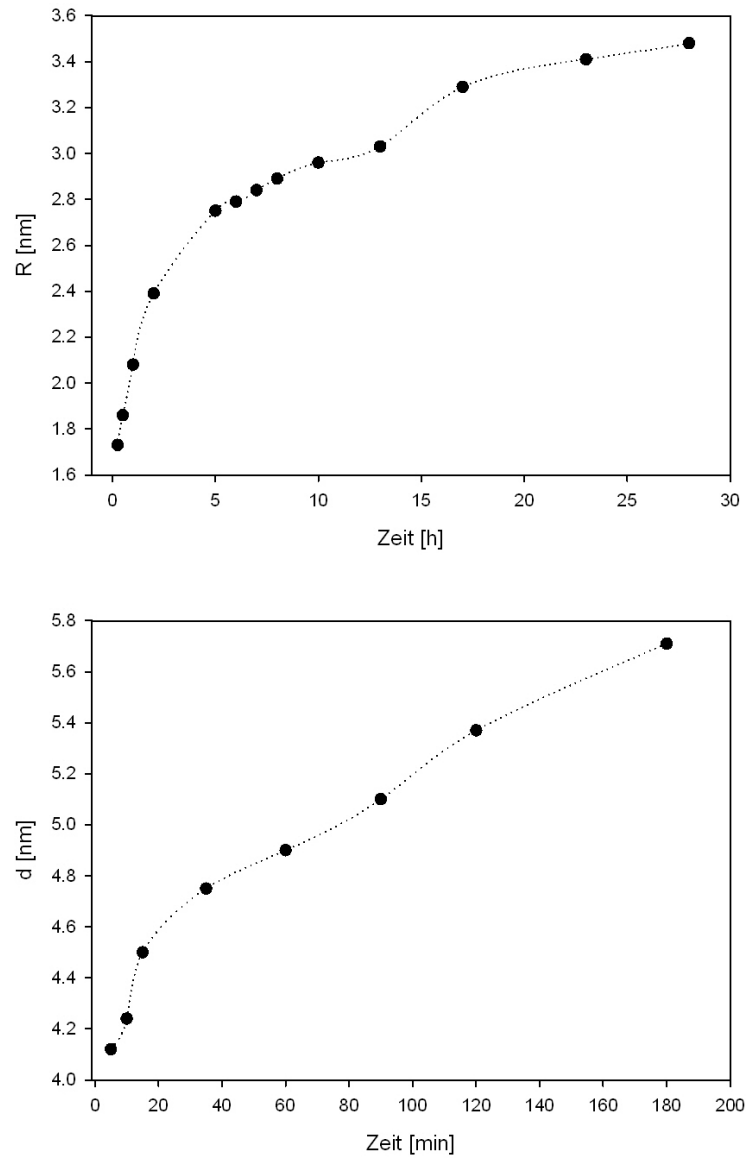


Abbildung 5.6: Resultate aus den Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände einer Al2at%Ag-Probe bei 150 °C

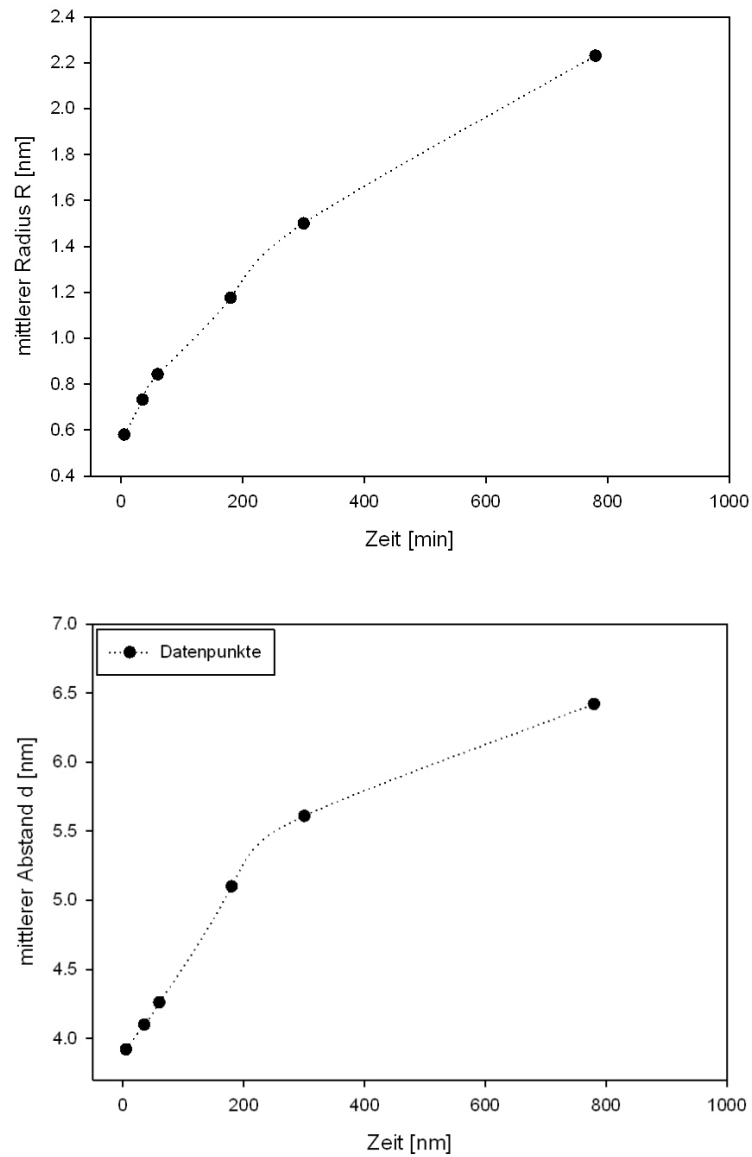


Abbildung 5.7: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung der mittleren Radien und der mittleren Abstände in einer Al₂at%Ag-Probe bei 150 °C

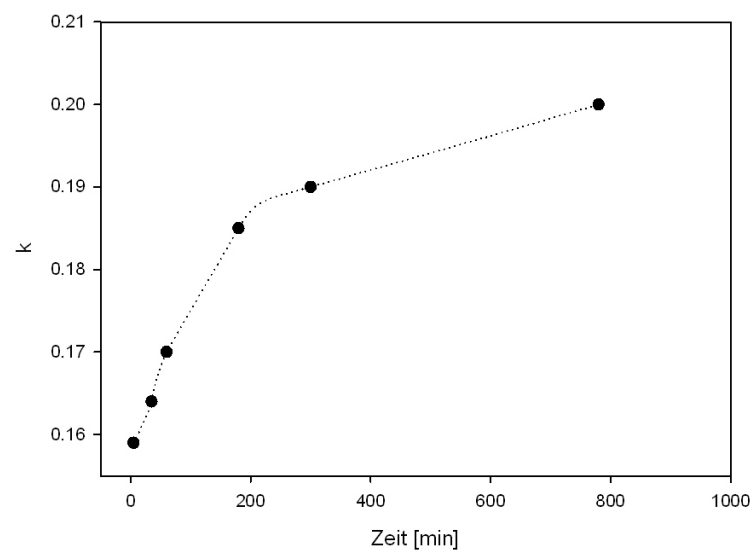


Abbildung 5.8: Zeitliche Entwicklung des Parameters k einer $\text{Al}_{2\text{at}\%}\text{Ag}$ -Probe bei 150°C

5.1.3 Al-2at%Ag bei 190 °C

Eine weitere Messreihe wurde bei 190 °C gestartet. Wie man in Abbildung 5.9 sieht, kommt es bei dieser Temperatur zu einer schnelleren Verschiebung der Maxima. Dies deutet darauf hin, dass die Ausscheidungen bei dieser Temperatur offensichtlich viel schneller wachsen als bei 120 °C bzw. 150 °C.

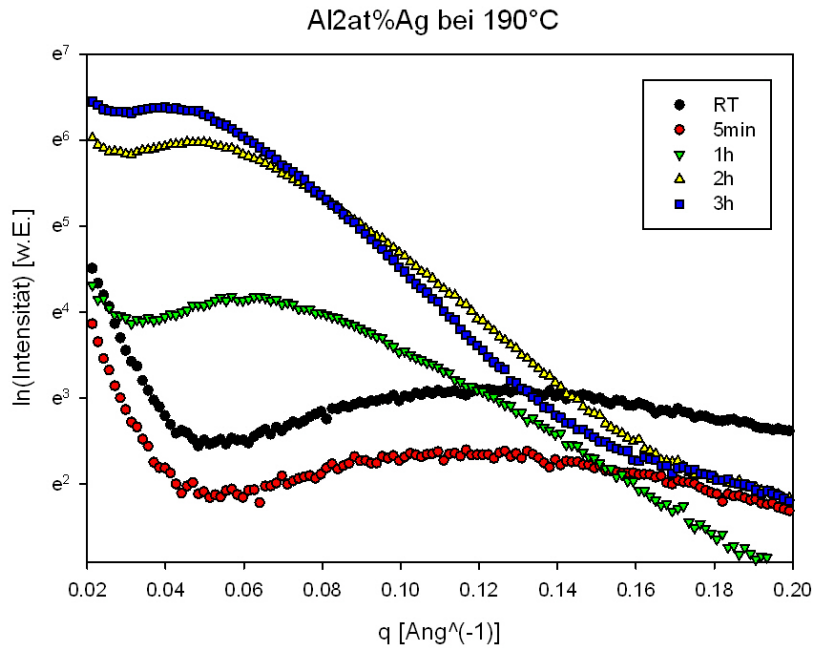


Abbildung 5.9: Streukurven für Al-2at%Ag bei 190 °C

In Tabelle 5.3 sind wieder die Resultate der „Guinier“-Fits zusammengefasst. In diesem Fall nimmt der Radius der Ausscheidungen innerhalb der ersten 3 Stunden um 2,14 nm und der mittlere Abstand um 9,62 nm zu. Die Radien und mittleren Abstände wurden auch hier mit Hilfe der Relationen 5.1.1 und 5.1.2 bestimmt.

5.1 Temperaturmessungen

Zeit[min]	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
0	8,8	1,1	0,126	5,0
5	9,3	1,2	0,121	5,7
10	9,8	1,3	0,108	5,8
15	10,3	1,4	0,088	7,2
35	13,7	1,8	0,065	9,6
60	17,5	2,3	0,060	10,4
90	19,6	2,5	0,058	11,1
120	21,8	2,8	0,051	12,3
180	25,4	3,3	0,043	14,6

Tabelle 5.3: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 190 °C

Ziel dieser Temperaturmessungen ist nicht nur das Studium des Wachstumsverhaltens der Ausscheidungen bei verschiedenen Temperaturen, sondern auch die Bestimmung einer geeigneten Temperatur für die nachfolgenden Lastmessungen. Dabei soll das Wachstum schnell genug sein, um in einer akzeptablen Zeit (von höchstens einigen Tagen) eine etwaige Änderung in der Form zu sehen, aber langsam genug, damit es nicht zu Kohärenzspannungen im Gitter kommt, wodurch man dann unerwünschte innere elastische Kräfte erhalten würde.

In den Abbildungen 5.10 und 5.11 sind die Ergebnisse der beiden Fit-Methoden dargestellt. Auch hier beobachtet man einen Unterschied in den Messergebnissen.

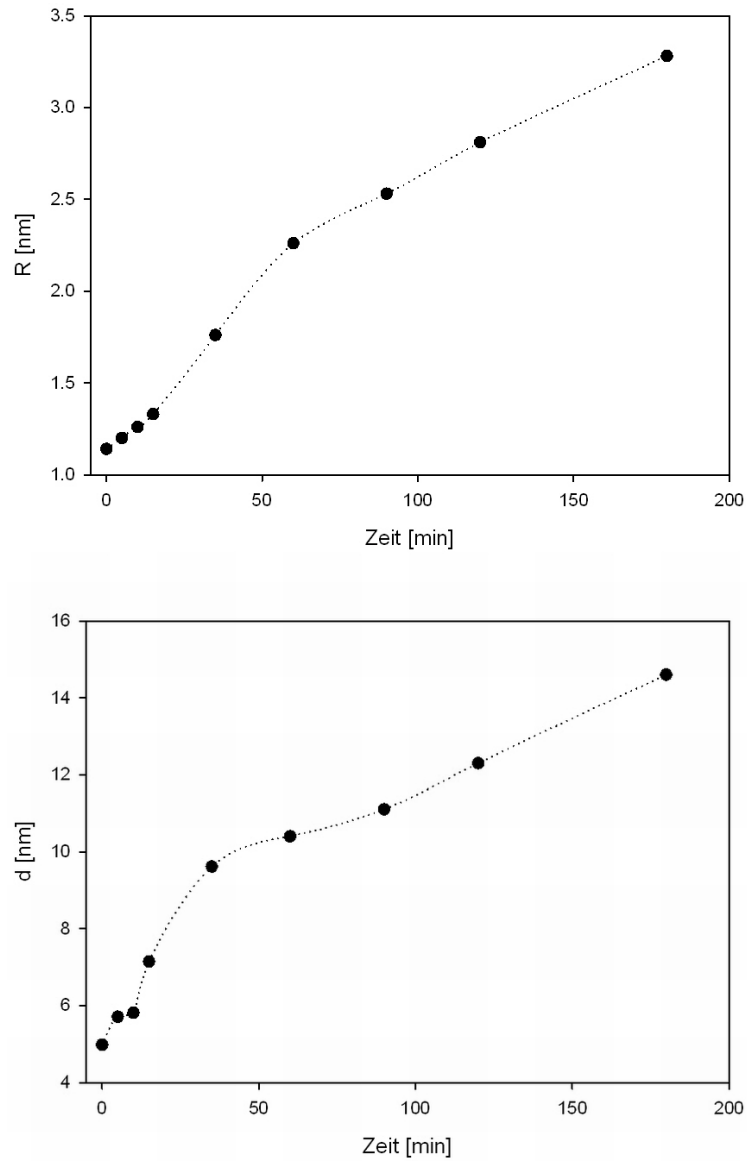


Abbildung 5.10: Resultate des Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung des Radius, Unten: Zeitliche Entwicklung des Abstands einer $\text{Al}_{2\text{at\%Ag}}$ -Probe bei $190\text{ }^{\circ}\text{C}$

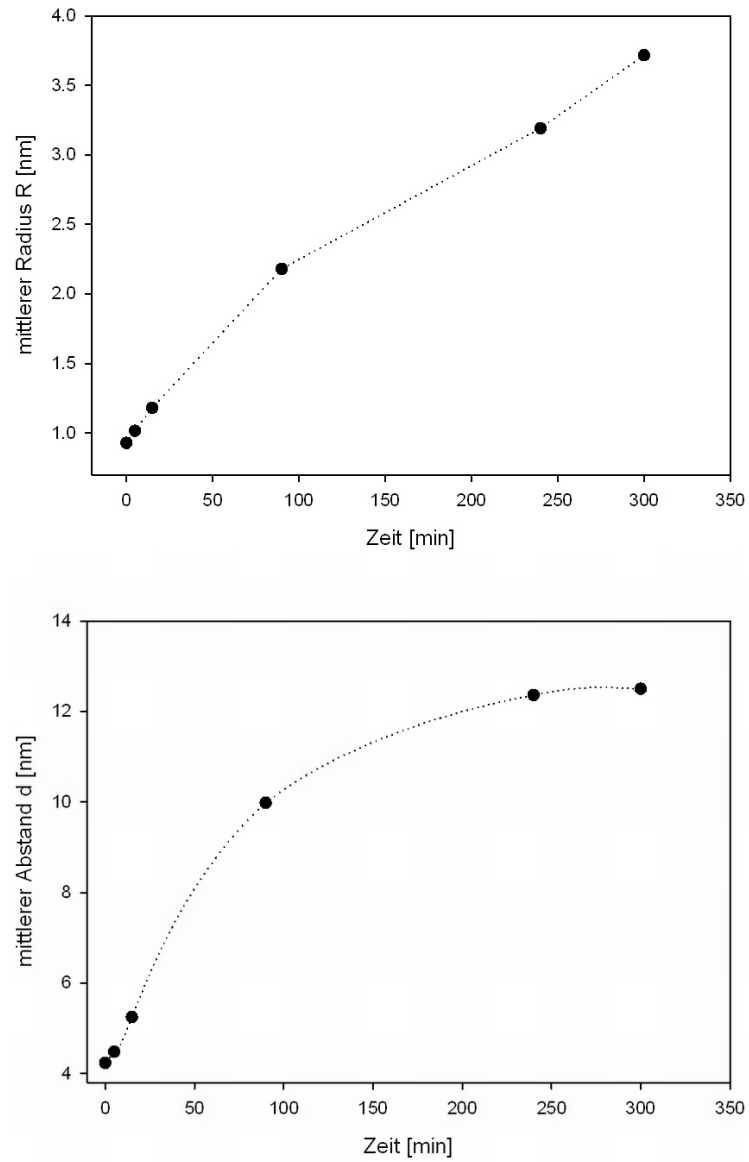


Abbildung 5.11: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung der mittleren Radien und der mittleren Abstände in einer Al2at%Ag-Probe bei 190 °C

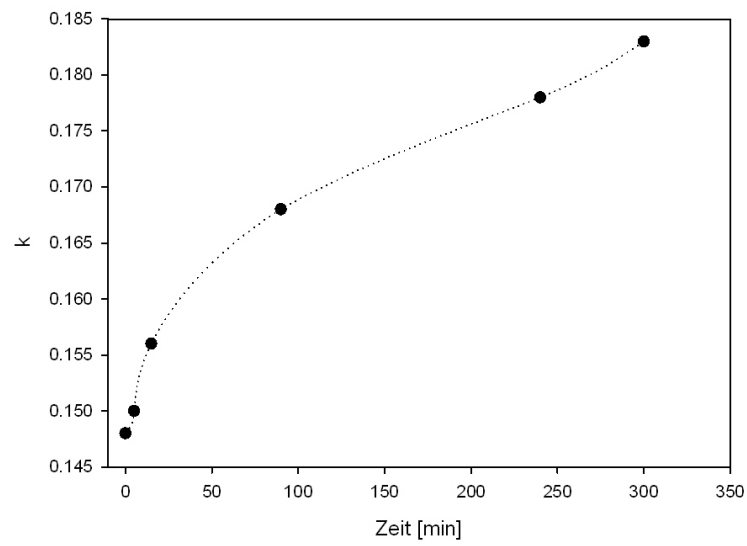


Abbildung 5.12: Zeitliche Entwicklung des Parameters k , erhalten aus dem Hard-sphere-Modell, einer $\text{Al}_{2\text{at}\%}\text{Ag}$ -Probe bei 190°C

5.1.4 Al-2at%Ag bei 220 °C

Als letztes wurde eine Al-2at%Ag Probe bei 220 °C untersucht. Wie man in Abbildung 5.13 sieht, erfolgt hier die Verschiebung der Maxima sehr schnell, was auf ein sehr schnelles Wachstum schließen lässt.

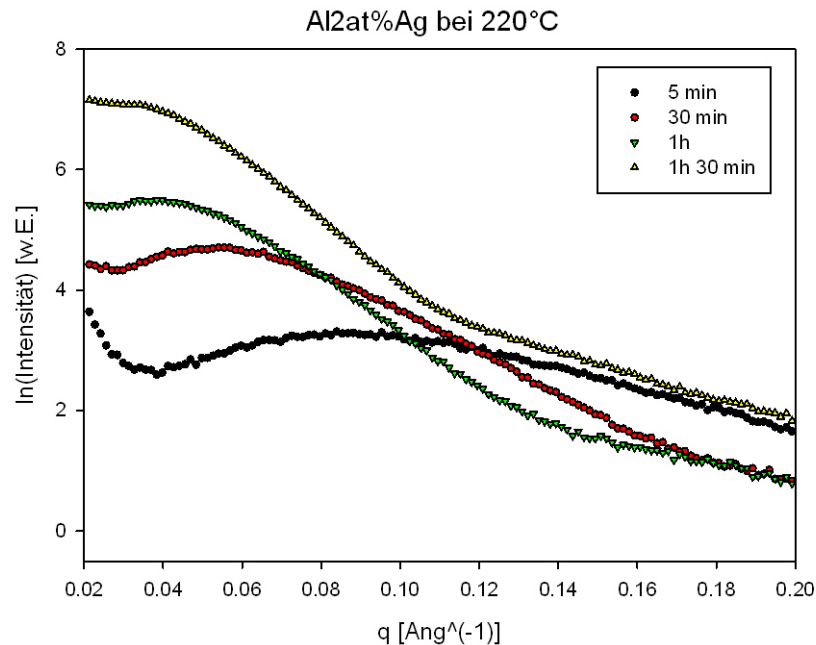


Abbildung 5.13: Ausschnitt aus einigen Streukurven für Al-2at%Ag nach verschiedenen Zeiten bei 220 °C

Dies wird auch in Tabelle 5.4 deutlich. Innerhalb einer Stunde erreicht man bei dieser Temperatur einen Radius von ca. 3 nm. Es wurde allerdings nicht lange bei dieser Temperatur gemessen, da sich die Streubilder wegen der großen Kohärenzspannungen und der daraus folgenden Streifen im Streubild als nicht auswertbar erwiesen haben.

5 Ergebnisse

Zeit[min]	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
5	12,3	1,6	0,084	7,5
10	14,4	1,9	0,074	8,5
15	16,5	2,1	0,064	9,8
20	17,8	2,3	0,057	11,0
25	19,8	2,6	0,054	11,6
30	20,9	2,7	0,498	12,6
60	24,4	3,2	0,040	15,7

Tabelle 5.4: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 220 °C

In den Abbildungen 5.14 und 5.15 sind die Ergebnisse der beiden Fit-Methoden graphisch dargestellt. Wie man an Hand der Graphen erkennen kann, weichen die Ergebnisse der Auswertungsmethoden auch hier nur minimal von einander ab.

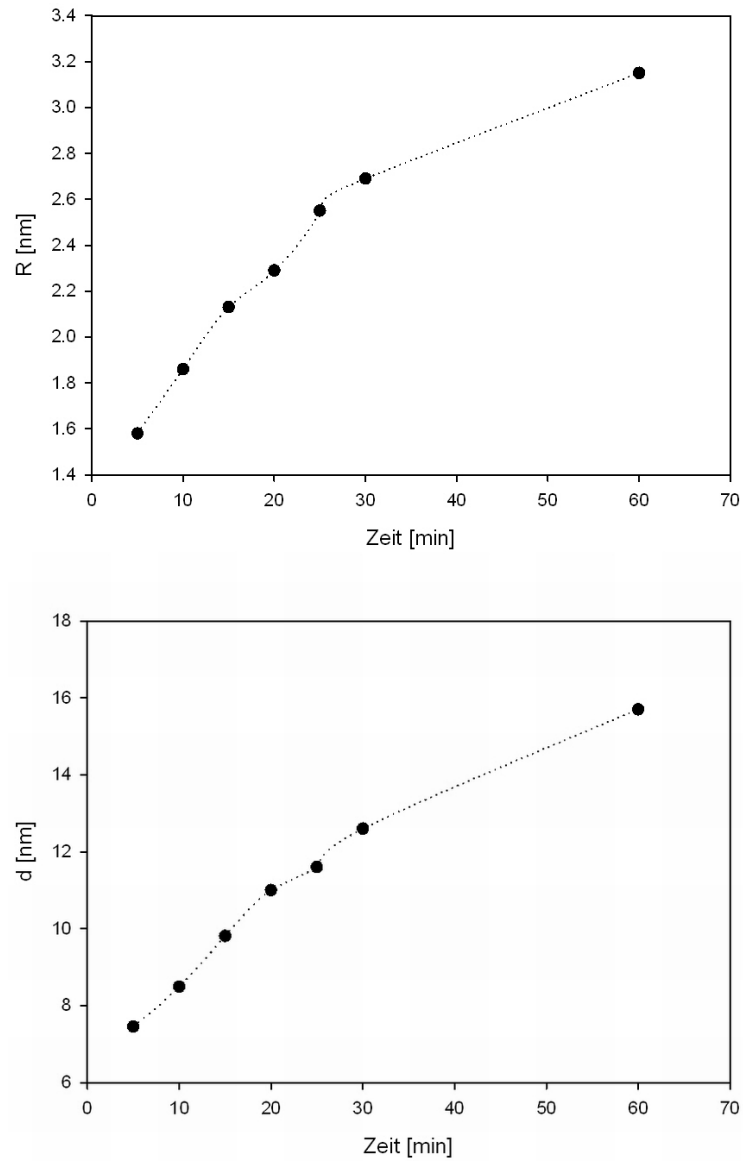


Abbildung 5.14: Resultate des Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände in einer Al₂at%Ag-Probe bei 220 °C

5 Ergebnisse

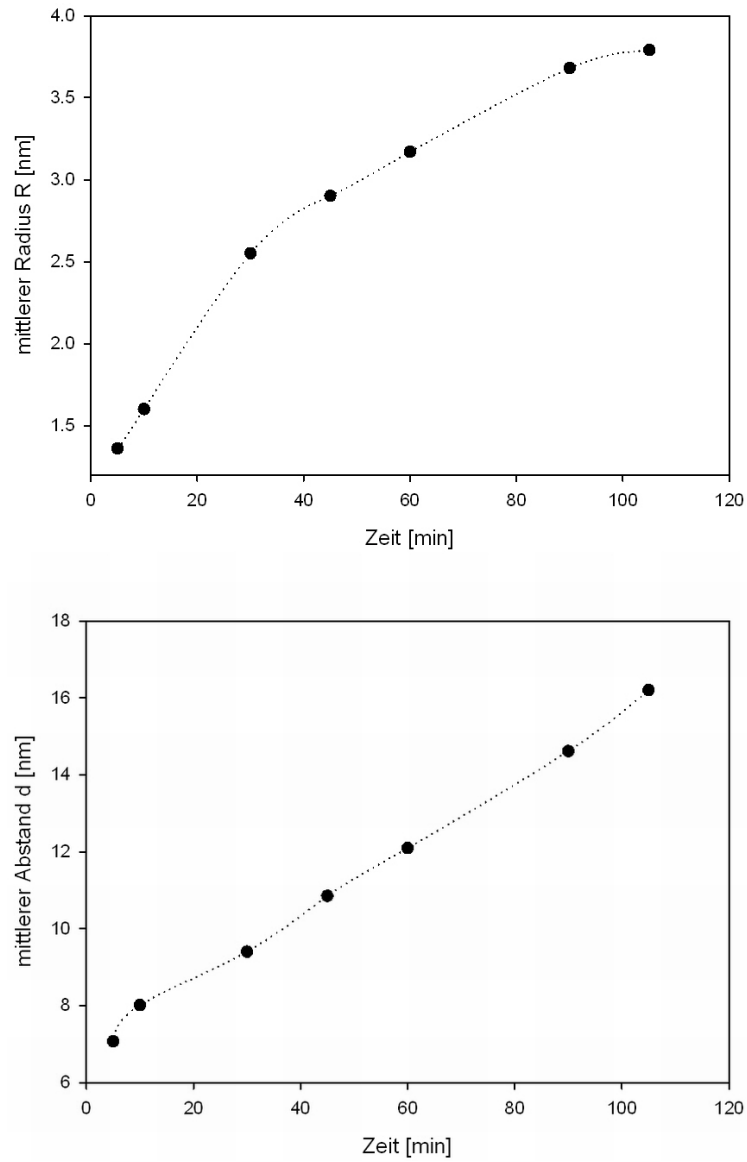


Abbildung 5.15: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung des mittleren Radius und des mittlern Abstands in einer $\text{Al}_{2\text{at\%}}\text{Ag}$ -Probe bei $220\text{ }^{\circ}\text{C}$

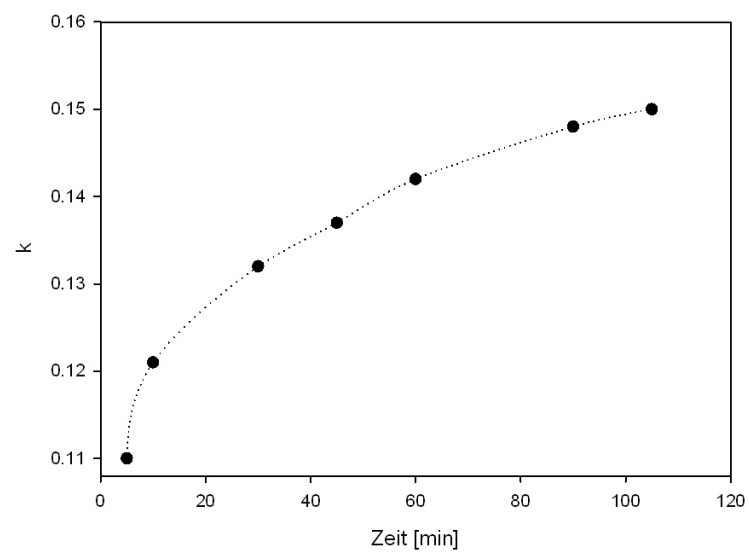


Abbildung 5.16: Zeitliche Entwicklung des Parameters k , erhalten aus dem Hard-Sphere-Modell, einer Al2at%Ag-Probe bei 220 °C

5.1.5 Al-6at%Ag bei 150 °C

Analog zu den Al-2at%Ag-Proben wurden auch Al-6at%Ag-Proben bei verschiedenen Temperaturen untersucht. Die erste Messreihe wurde bei 150 °C gestartet. Man sieht bei der Al-6at%Ag-Probe schon bei 150 °C deutlich verschobene Maxima der Streukurven. Allerdings erfolgt diese Verschiebung nach relativ langer Beobachtungszeit.

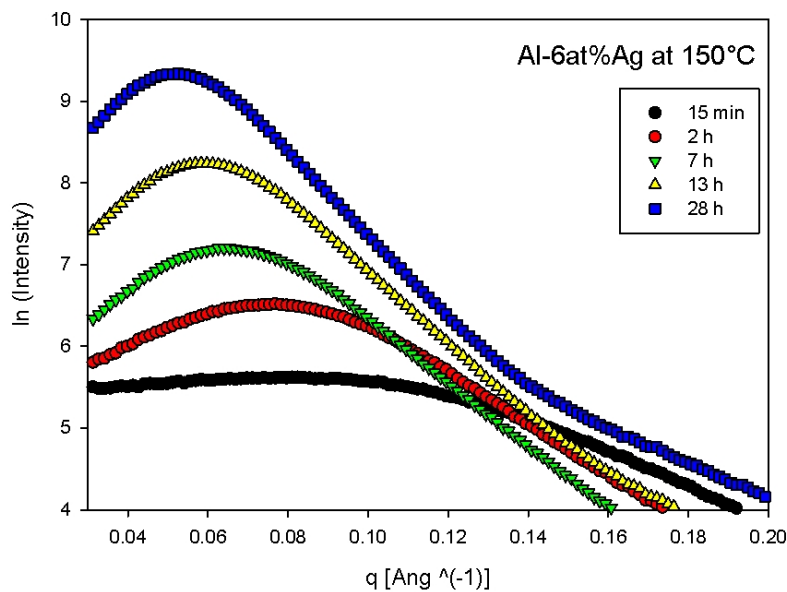


Abbildung 5.17: Ausschnitt aus einigen Streukurven nach verschiedenen Zeiten für eine Al-6at%Ag-Probe bei 150 °C

Die errechneten Daten aus den „Guinier“-Fits sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst. Wie man sehen kann, wächst der Radius der Ausscheidungen innerhalb der ersten 28 Stunden von 1,7 nm auf ca. 3,5 nm. Auch der mittlere Abstand der Ausscheidungen nimmt sehr stark zu, nämlich von ca. 7,7 nm auf 12 nm.

5.1 Temperaturmessungen

Zeit	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
15 min	13,4	1,7	0,0811	7,7
30 min	14,4	1,9	0,0782	8,0
1 h	16,1	2,1	0,0797	8,2
2 h	18,5	2,4	0,0768	8,4
5 h	21,3	2,8	0,0697	9,4
8 h	22,4	2,9	0,0626	10,0
13 h	23,5	3,0	0,0583	10,8
17 h	25,5	3,3	0,0569	11,0
23 h	26,4	3,4	0,0541	11,6
28 h	26,9	3,5	0,0526	12,0

Tabelle 5.5: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 150 °C

Analog zu den vorherigen Messungen wurden auch hier die Ergebnisse beider Fit-Methoden in den Abbildungen 5.18 und 5.19 graphisch dargestellt. Hier ist ebenso eine leichte Abweichung in den Ergebnissen festzustellen.

Ein Effekt, welcher bei den Al-6at%Ag-Proben sehr interessant ist, ist die zeitliche Entwicklung des Parameters k. Wie schon früher erwähnt, ist der Parameter k ein Maß für die Nahordnung, d. h. wie groß die Wahrscheinlichkeit dafür ist, in der Umgebung einer Ausscheidung weitere Ausscheidungen zu finden. Im Gegensatz zu den Al-2at%Ag-Proben zeigt die zeitliche Entwicklungskurve für den Parameter k hier ein deutliches Maximum, was auf eine Vergrößerung des Systems schließen lässt. Wie schon im zweiten Kapitel erwähnt, kommt es nach der Keimbildung zu Wachstum und Vergrößerung, wodurch kleine Keime zu Gunsten der größeren schrumpfen. Daher sinkt auch die Wahrscheinlichkeit für das Auffinden weiterer Keime in der Umgebung eines großen Keimes. Dieses Phänomen wird bei der Al-6at%-Probe bei allen Temperaturen beobachtet.

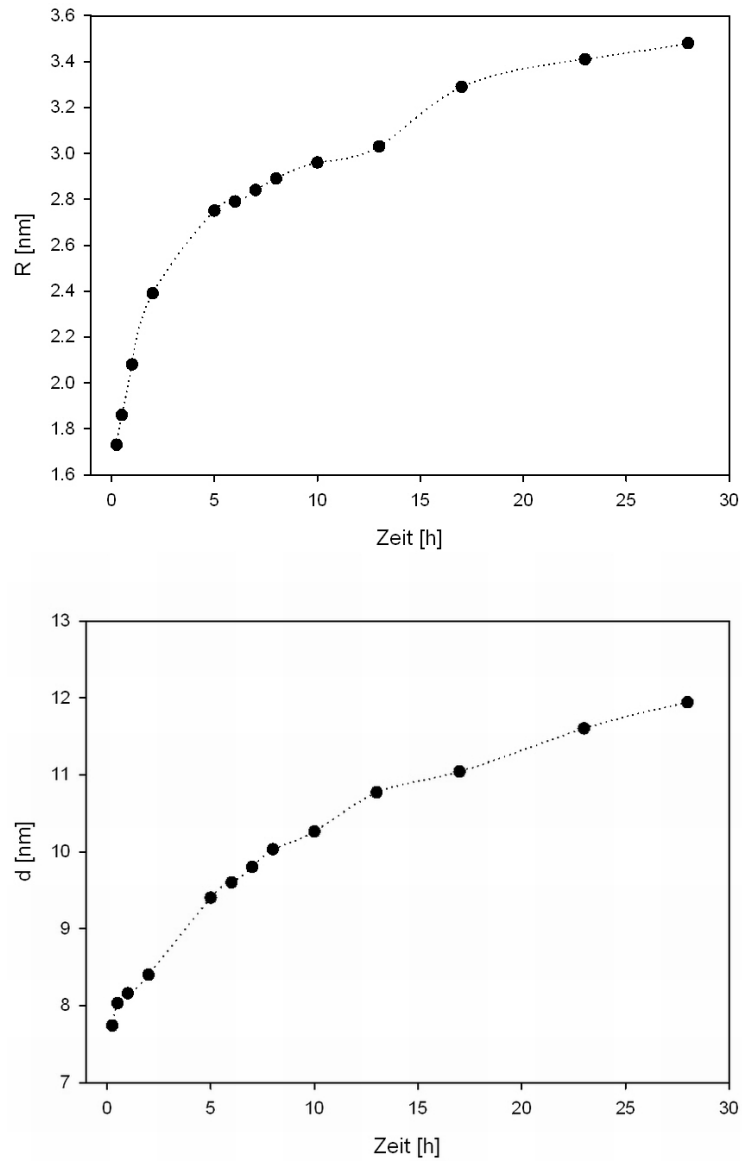


Abbildung 5.18: Resultate aus den Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände einer Al6at%Ag-Probe bei 150 °C

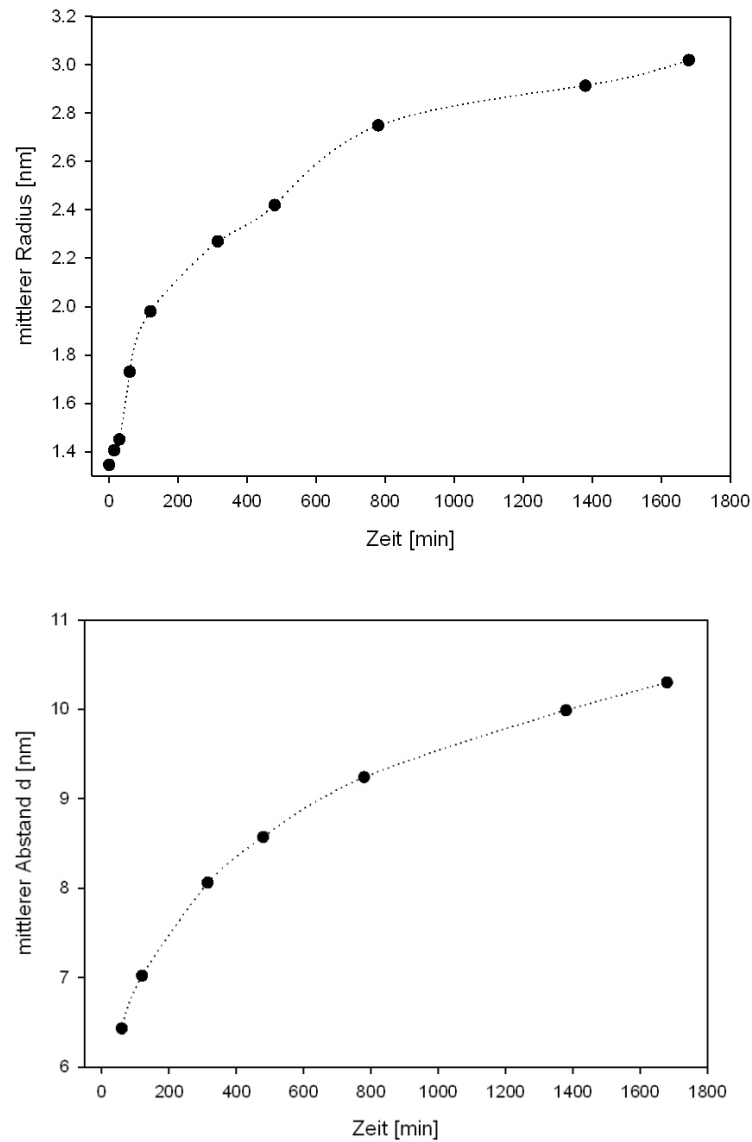


Abbildung 5.19: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung der mittleren Radien und der mittleren Abstände in einer Al6at%Ag-Probe bei 150 °C

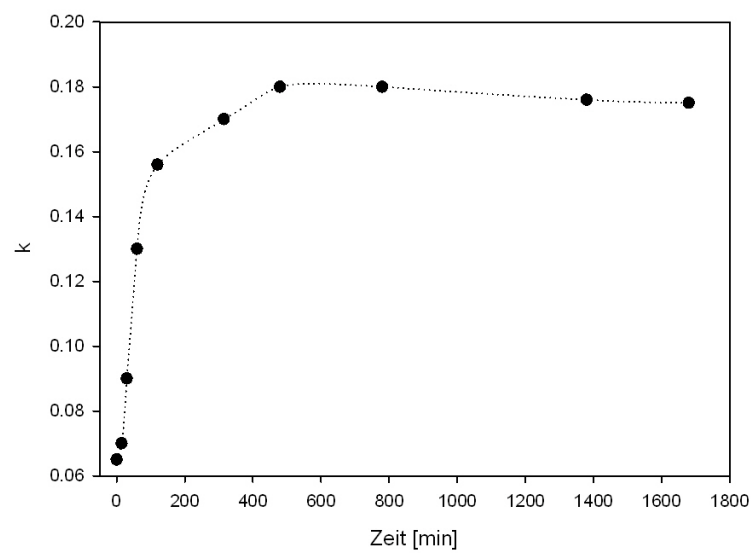


Abbildung 5.20: Zeitliche Entwicklung des Parameters k , erhalten aus dem Hard-Sphere-Modell, einer Al6at%Ag-Probe bei 150 °C

5.1.6 Al-6at%Ag bei 165 °C

Die nächste Temperatur, bei der das Wachstum der Ausscheidungen untersucht worden ist, betrug 165 °C. Bei dieser Temperatur sieht man eine deutliche Verschiebung der Maxima und das in einer kürzeren Messzeit. Dies ist in Abbildung 5.21 dargestellt.

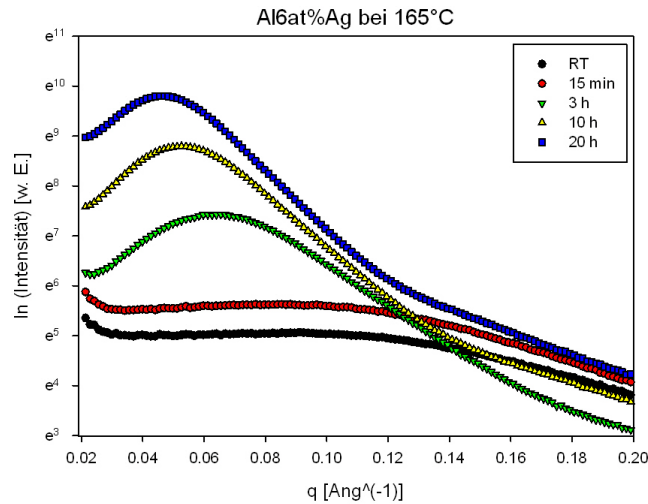


Abbildung 5.21: Streukurven für Al-6at%Ag bei 165 °C

Tabelle 5.6 fasst die Messergebnisse aus den „Guinier“-Fits zusammen.

Zeit	$R_g [\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max} [\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
15 min	12,9	1,7	0,0768	8,2
1 h	16,2	2,1	0,0754	8,3
2 h	21,8	2,8	0,0669	9,4
3 h	23,3	3,0	0,0654	9,6
5 h	25,3	3,3	0,0583	10,8
7 h	26,4	3,4	0,0555	11,3
10 h	28,1	3,6	0,0526	11,9
14 h	29,2	3,8	0,0498	12,6
20 h	30,1	3,9	0,0469	13,4

Tabelle 5.6: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 165 °C

In Abbildungen 5.22 und 5.23 ist die Entwicklung von R und d, berechnet mit Hilfe des „Guinier-Fits“, dargestellt.

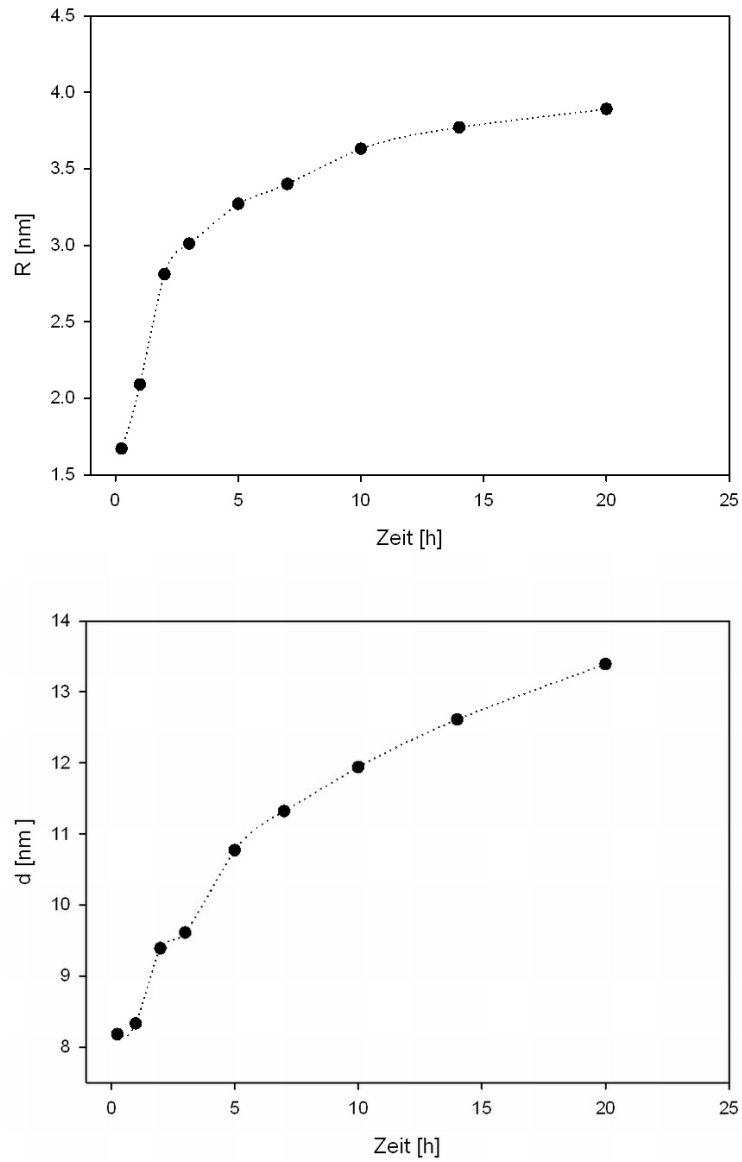


Abbildung 5.22: Resultate aus den Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände einer Al6at%Ag-Probe bei 165 °C

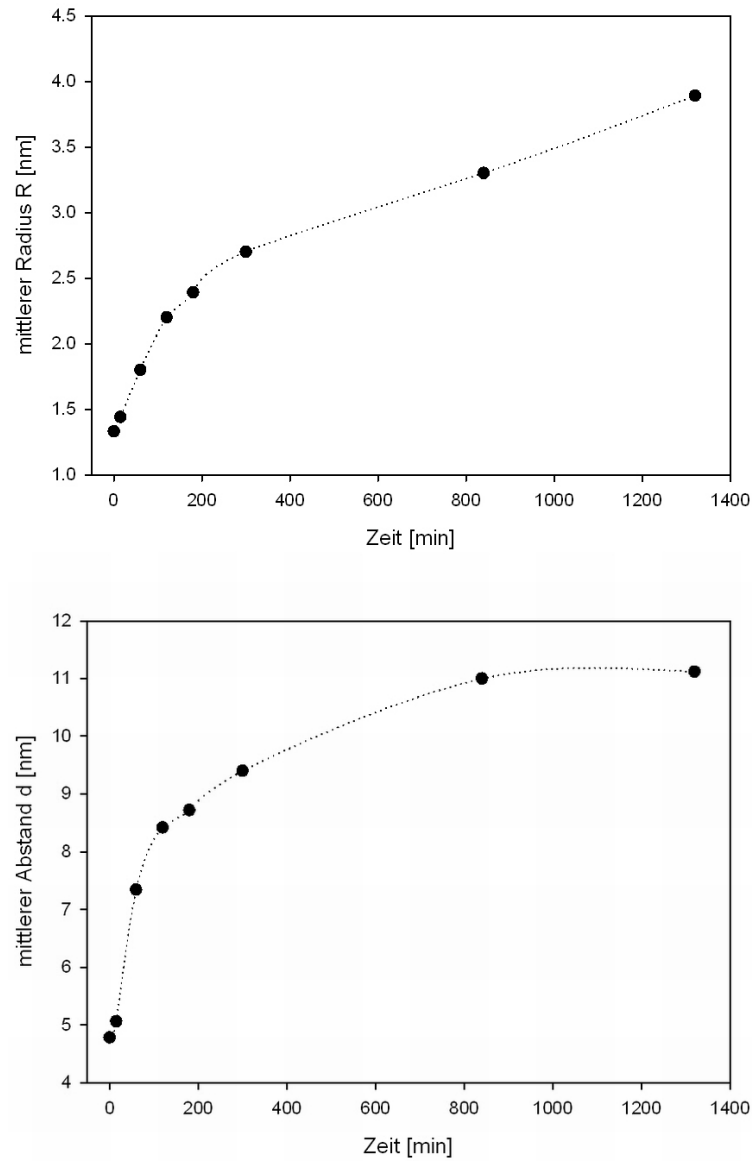


Abbildung 5.23: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung der mittleren Radien und der mittleren Abstände in einer Al6at%Ag-Probe bei 165 °C

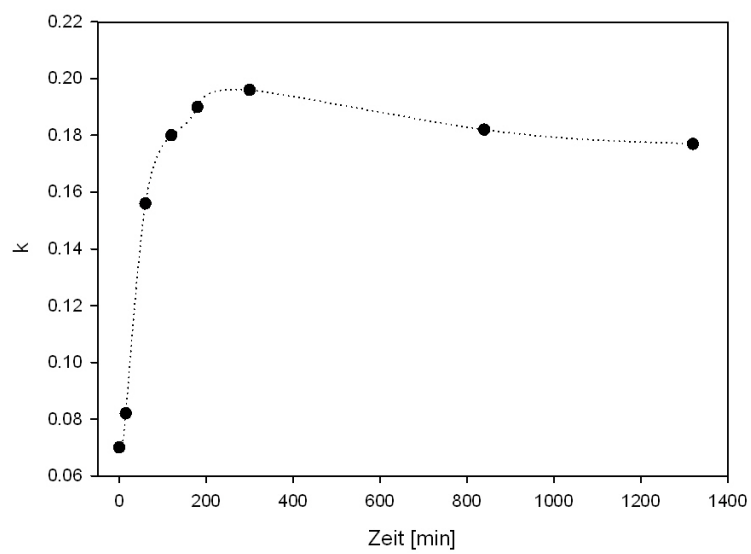


Abbildung 5.24: Zeitliche Entwicklung des Parameters k einer Al6at%Ag-Probe bei 165 °C

5.1.7 Al-6at%Ag bei 190 °C

Obwohl für die Al-6at%Ag-Proben die ideale Temperatur für die Lastmessung schon gefunden worden ist, wurde noch eine Messreihe bei 190 °C gestartet um das Wachstumsverhalten auch bei höheren Temperaturen zu untersuchen.

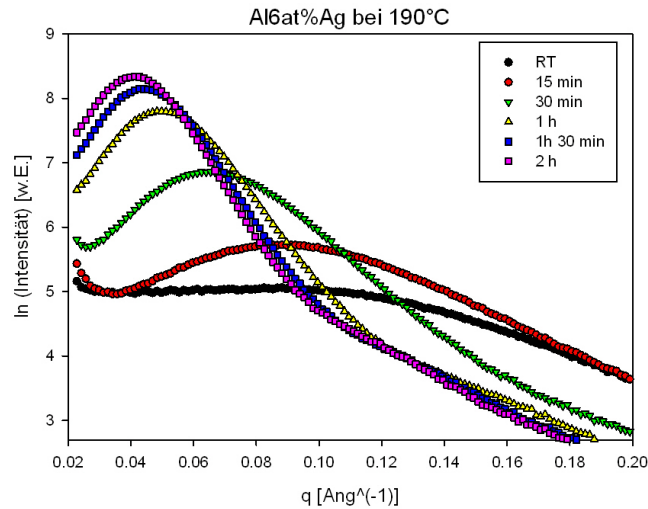


Abbildung 5.25: Ausschnitt aus mehreren Streukurven nach verschiedenen Zeiten für eine Al-6at%Ag bei 190 °C

Die nachfolgende Tabelle 5.7 zeigt wieder die errechneten Werte für R und d mit Hilfe des „Guinier“-Fits.

Zeit	$R_g[\text{\AA}]$	R [nm]	$q_{max}[\text{\AA}^{-1}]$	d [nm]
15 min	14,6	1,9	0,0882	7,1
30 min	23,5	3,0	0,0654	9,6
45 min	29,1	3,8	0,0526	12,0
1 h	27,8	4,2	0,0469	13,4
1 h 15 min	47,1	4,7	0,0455	13,8
1 h 45 min	37,3	4,8	0,0413	15,2
2 h	40,3	5,2	0,0398	15,8
2h 15 min	40,5	5,2	0,0384	16,4

Tabelle 5.7: Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 190 °C

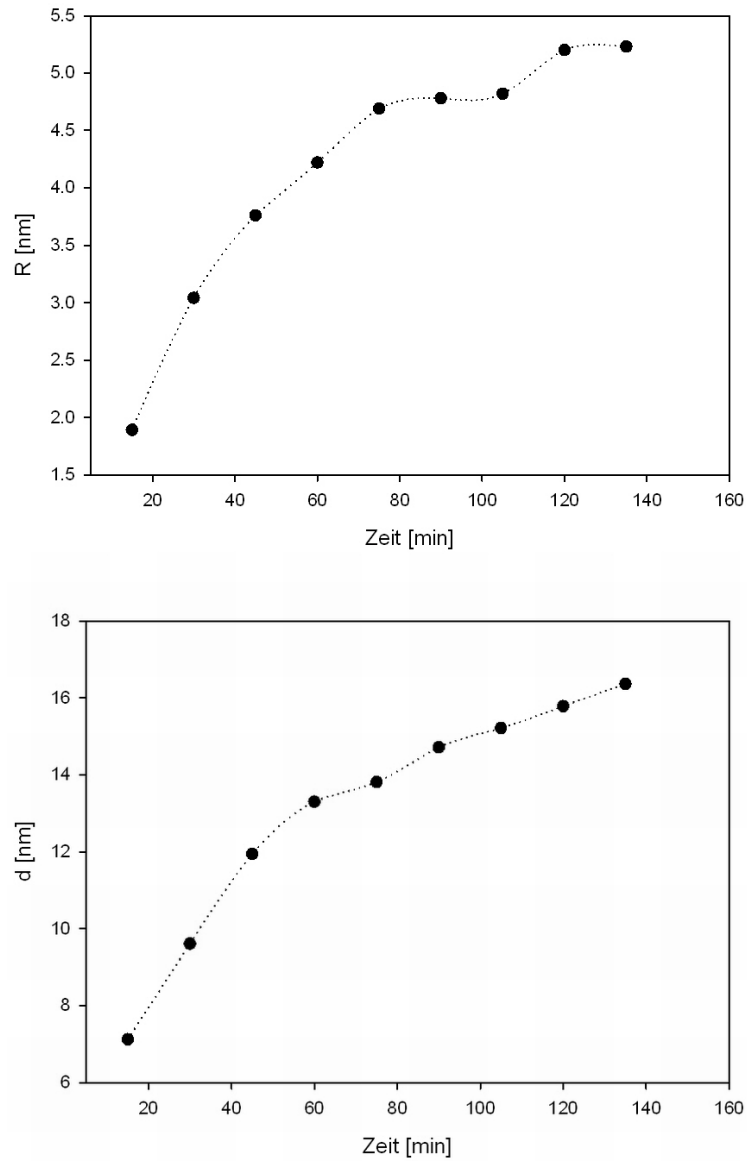


Abbildung 5.26: Resultate aus den Guinier-Fits. Oben: Zeitliche Entwicklung der Radien, Unten: Zeitliche Entwicklung der Abstände einer Al6at%Ag-Probe bei 190 °C

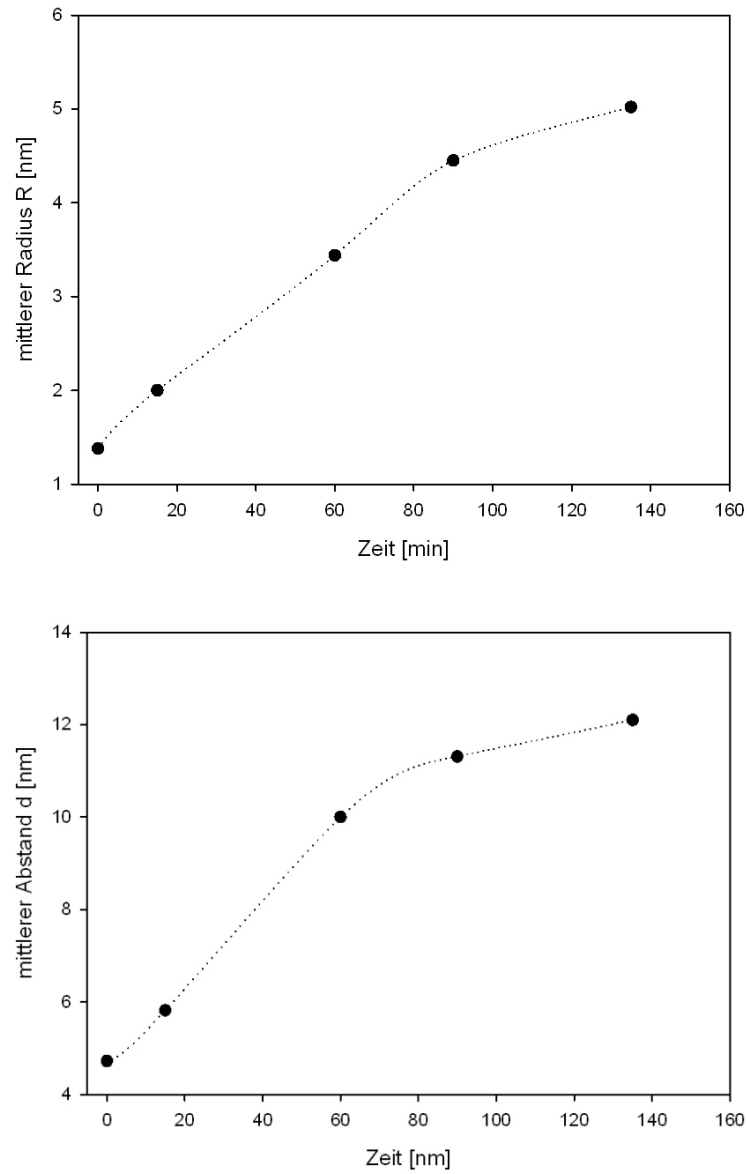


Abbildung 5.27: Resultate aus dem Hard-Sphere-Modell. Zeitliche Entwicklung der mittleren Radien und der mittleren Abstände in einer Al6at%Ag-Probe bei 190 °C

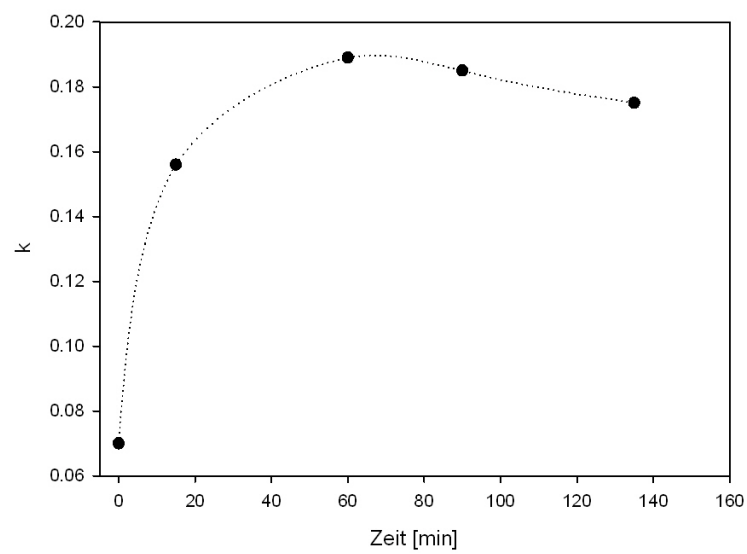


Abbildung 5.28: Zeitliche Entwicklung des Parameters k , erhalten aus dem Hard-Sphere-Modell, einer Al6at%Ag-Probe bei 190 °C

5.2 Lastmessungen

Die Durchführung der Lastmessungen erwies sich als einiges komplizierter als die reinen Temperaturmessungen. Zum einen war die Probenherstellung aufwändiger und zum anderen sind die meisten Versuche daran gescheitert, dass die Proben nach kurzer Zeit gerissen sind. Auch der Messaufbau war viel aufwändiger, wie man in Abbildung 5.29 sehen kann.

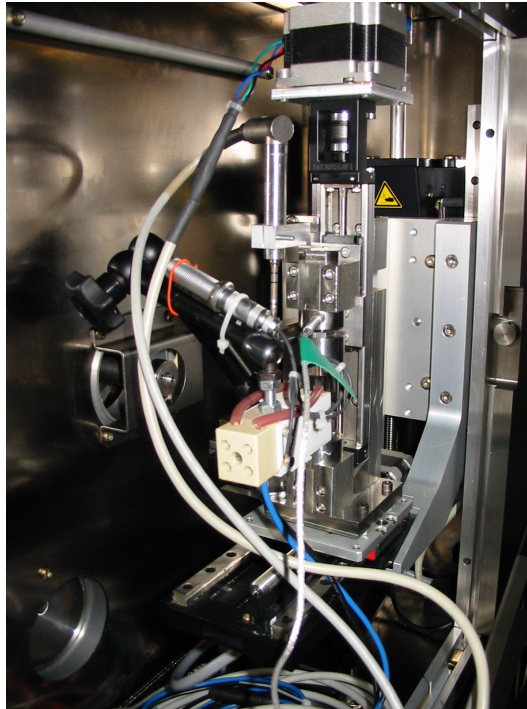


Abbildung 5.29: Der Messaufbau für die Lastmessungen. Man sieht die Zugmaschine und den U-förmigen Ofen, eingebaut in die Probenkammer der RKW-Anlage.

Die Lastmessungen sind ausschließlich mit Al-2at\%Ag -Proben durchgeführt worden. Der Grund dafür ist, dass die Al-6at\%Ag -Proben wegen des höheren Silbergehaltes viel spröder und daher kaum belastbar sind. Dieses Problem hat sich bereits beim Walzen der Proben gezeigt. Es war fast unmöglich, Proben mit einer für die Zugversuche geeigneten Länge von ca. 5 cm herzustellen, weil sie teilweise schon während des Walzens gerissen sind. Schließlich war es möglich, zwei Proben für die Zugversuche herzustellen, beide Proben sind dann aber beim Zugversuch gerissen.

Auch in der Auswertungsmethode gibt es Einschränkungen. Die Auswertung

der Daten erfolgte nur mit Hilfe des „Guinier“-Fits. Der Grund hierfür ist, dass die Streukurven nach der Cake-Integration zu breit sind, um sie mit dem Hard-Sphere-Modell zu fitten. Der Fehler im Fit mit dem Hard-Sphere-Modell wäre um einiges größer gewesen als mit dem Guinier-Fit. Dies sieht man in Abbildung 5.30.

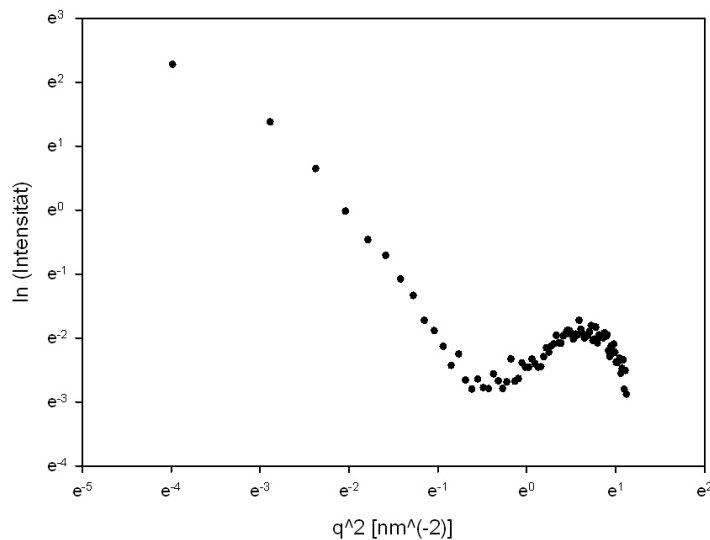


Abbildung 5.30: Doppellogarithmische Auftragung der Streudaten für das Fitten mit dem Hard-Sphere-Modell. Wie man sieht ist der hintere Teil der Streukurve, welcher die Informationen über Größe usw. enthält, zu breit um einen aussagekräftigen Fit zu erhalten.

Es wurden insgesamt mehrere Versuche gestartet, allerdings verliefen die meisten erfolglos. Im Folgenden werden alle Versuche, auch Fehlversuche, aufgelistet und kurz besprochen.

5.2.1 Al-2at%Ag bei 150 °C unter 6 N Last

Die erste Lastmessung erfolgte bei 150 °C und 6 N Last. Die Probe hatte die Dimensionen:

$$d = (80 \pm 2) \mu m$$

$$b = (5,2 \pm 0,1) mm$$

Dies entspricht einer mechanischen Spannung von:

$$\sigma = 14,4 MPa$$

Diese Probe ist nach einigen Stunden vorzeitig gerissen. Die Auswertung hatte insofern keinen Sinn, da sich der Radius in der kurzen Zeit kaum geändert hatte und man daher auch keine Änderung in der Form erwarten konnte.

5.2.2 Al-2at%Ag bei 150 °C unter 10 N Last

Die nächste Messreihe wurde bei der gleichen Temperatur gestartet, aber mit einer höheren Last. Die Probe hatte die Dimensionen:

$$d = (55 \pm 2) \mu m$$

$$b = (9 \pm 0,1) mm$$

Dies entspricht einer mechanischen Spannung von:

$$\sigma = 20 MPa$$

Die Probe wurde 23 h bei dieser Temperatur und Last gehalten.

Abbildung 5.31 zeigt die Streubilder dieser Al2at%Ag-Probe einmal nach 10 min und einmal nach 23 Stunden.

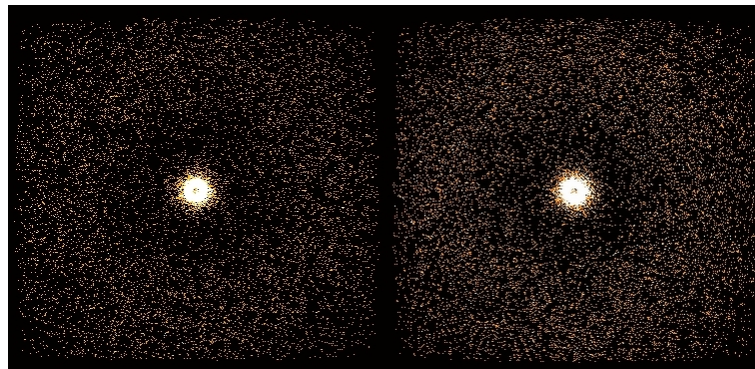


Abbildung 5.31: Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe nach 10 min unter 10 N Last (links) und nach 23 h unter 10 N Last (rechts), jeweils bei 150 °C

Wie man sieht, ist die Intensität der Streubilder sehr gering. Dies liegt daran, dass offensichtlich beim Abspeichern der Streubilder durch den Computer ein Fehler passiert sein muss. So war auch eine weitere Auswertung dieser Messreihe aus diesem Grund nicht mehr möglich. Aber wenn man die Streubilder genauer betrachtet, sieht man, dass zwischen den 2 Streubildern kaum ein Unterschied im Intensitätsring zu sehen ist. Das wiederum bedeutet, dass

die Ausscheidungen nicht so gewachsen sind, wie es bei der Temperatur und nach dieser Zeit zu erwarten gewesen wäre.

5.2.3 Al-2at%Ag bei 190 °C unter 4 N Last

Auch wenn die ersten zwei Versuche auf Grund der Proben gescheitert sind, so ist es offensichtlich, dass eine Messtemperatur von 150 °C einfach zu niedrig ist, um ein schnelles Wachstum der Ausscheidungen zu erzielen. Daher wurde nach den 2 Fehlversuchen bei 150 °C eine Messreihe bei 190 °C gestartet. Da nicht klar war, ob sich die relativ lange Probe bei dieser Temperatur sehr stark ausdehnt, wurde die erste Messung bei einer niedrigeren Last durchgeführt.

Die verwendete Probe hatte diesmal die Dimensionen:

$$d = (55 \pm 2) \mu m$$

$$b = (7 \pm 0,1) mm$$

Dies entspricht, bei einer Last von 4 N, einer mechanischen Spannung von:

$$\sigma = 10,4 \text{ MPa}$$

Leider ist diese Probe schon nach 50 min Messzeit gerissen und war daher auch nicht auswertbar. Es war unklar, ob die Probe gerissen ist, weil es innere Spannungen in der Probe gab oder ob andere Faktoren dazu geführt hatten.

5.2.4 Al-2at%Ag bei 190 °C unter 5 N Last

Als nächstes wurde eine Probe bei 190 °C und 5 N Last vermessen. Die Probe hatte folgende Dimensionen:

$$d = (65 \pm 2) \mu m$$

$$b = (6,2 \pm 0,1) mm$$

Bei einer Last von 5 N entspricht dies einer mechanischen Spannung von:

$$\sigma = 12,4 \text{ MPa}$$

Abbildung 5.32 zeigt die Streubilder einmal nach 16 Stunden und einmal nach 48 Stunden.

Zur Auswertung der Streubilder wurde eine Cake-Integration durchgeführt und jeder Bereich „Guinier“-gefittet. Abbildung 5.33 zeigt die winkelabhängigen Radien für das Streubild nach 48 Stunden. Wie man sieht, kann man

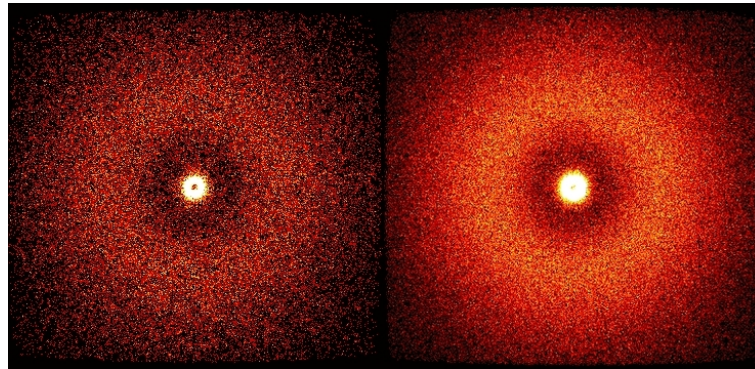


Abbildung 5.32: Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe (links) nach 16 Stunden unter 5 N Last und (rechts) nach 48 Stunden unter 5 N Last, gemessen jeweils bei 150 °C

keine konkrete Aussage über eine bevorzugte Richtung machen. Wie schon in Abschnitt 4.2.5 besprochen worden ist, erwartet man in Falle einer Formveränderung die größten Radien bei 90° und 270°. Was man in Abbildung 5.33 sieht ist eher eine statistische Schwankung der Radien, bedingt durch den Fehler im „Guinier“-Fit.

Es kam die Frage auf, ob der von uns entwickelte Ofen wirklich die Temperatur erreicht, die eingestellt wird. Um dies zu überprüfen, wurde nach der Messreihe bei 190 °C und 5N Last die Temperatur an der Probe selbst mit Hilfe eines zweiten Thermoelements gemessen. Dabei hat sich herausgestellt, dass es offensichtlich durch Wärmeleitung über die Zugmaschine (Klemmbacken und LMD sind auch aus Metall) zu einer Ableitung der Wärme kommt, wodurch die Probe um mindestens 10 °C kühler ist, als zuvor am Ofen eingestellt wurde. Dieses Problem würde auch erklären, warum es nicht zum erwarteten Wachstum der Ausscheidungen kam.

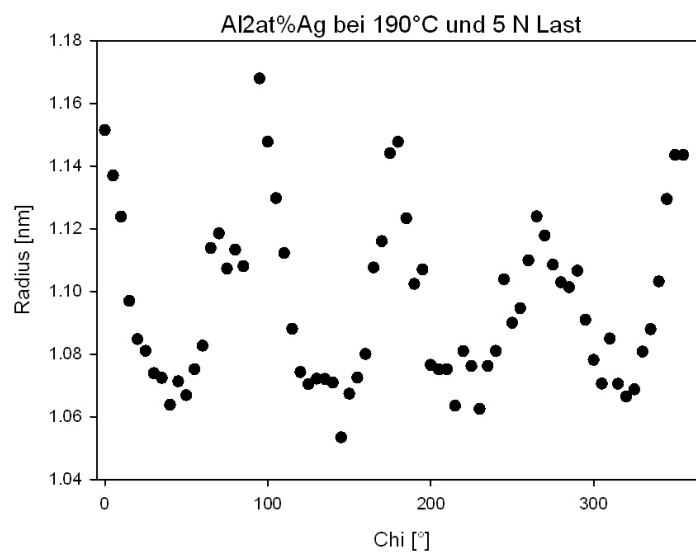


Abbildung 5.33: Winkelabhängige Radien nach 48 Stunden unter 5 N Last und 190 °C.

5.2.5 Al-2at%Ag bei 200 °C unter 7 N Last

Um das Temperaturproblem zu umgehen, wurde bei der nächsten Messreihe am Ofen statt der gewünschten 190 °C, 200 °C eingestellt, in der Hoffnung, dass die Probe dadurch echte 190 °C erreicht. Diese Probe hatte die Dimensionen:

$$d = (88 \pm 2) \mu m$$

$$b = (5 \pm 0,1) mm$$

Die angelegte Last entspricht demzufolge einer mechanischen Spannung von:

$$\sigma = 16 MPa$$

Abbildung 5.34 zeigt die Streubilder einmal nach 2 Stunden und einmal nach 20 Stunden. Hier sieht man ein deutliches Wachstum der Ausscheidungen. Der Intensitätsring ist viel schärfer und der Radius des Ringes ist deutlich kleiner (reziproker Raum).

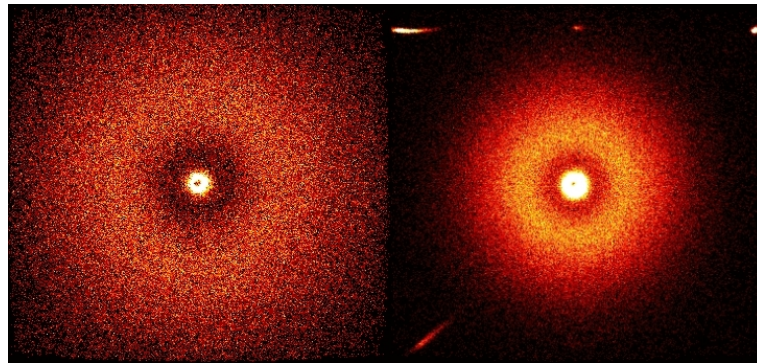


Abbildung 5.34: Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe (links) nach einer Stunde unter 7 N Last und (rechts) nach 20 h unter 7 N Last, gemessen jeweils bei 200 °C

Auch hier wurde die Auswertung mit Hilfe der Cake-Integration durchgeführt und auch hier ist nur eine statistische Schwankung der Radien zu beobachten. Dieser Sachverhalt wird in Abbildung 5.35 dargestellt. Man sieht diesmal ein deutlicheres Wachstum der Radien von $R = 0,9$ nm auf $R = 1,6$ nm. Diese Radienzunahme entspricht trotzdem nicht den Erwartungen, die sich aus den Temperaturmessungen ergeben hatten. Es ist auch hier keine bevorzugte Richtung für die Radienzunahme, die auf eine Formveränderung hindeuten könnte, sichtbar.

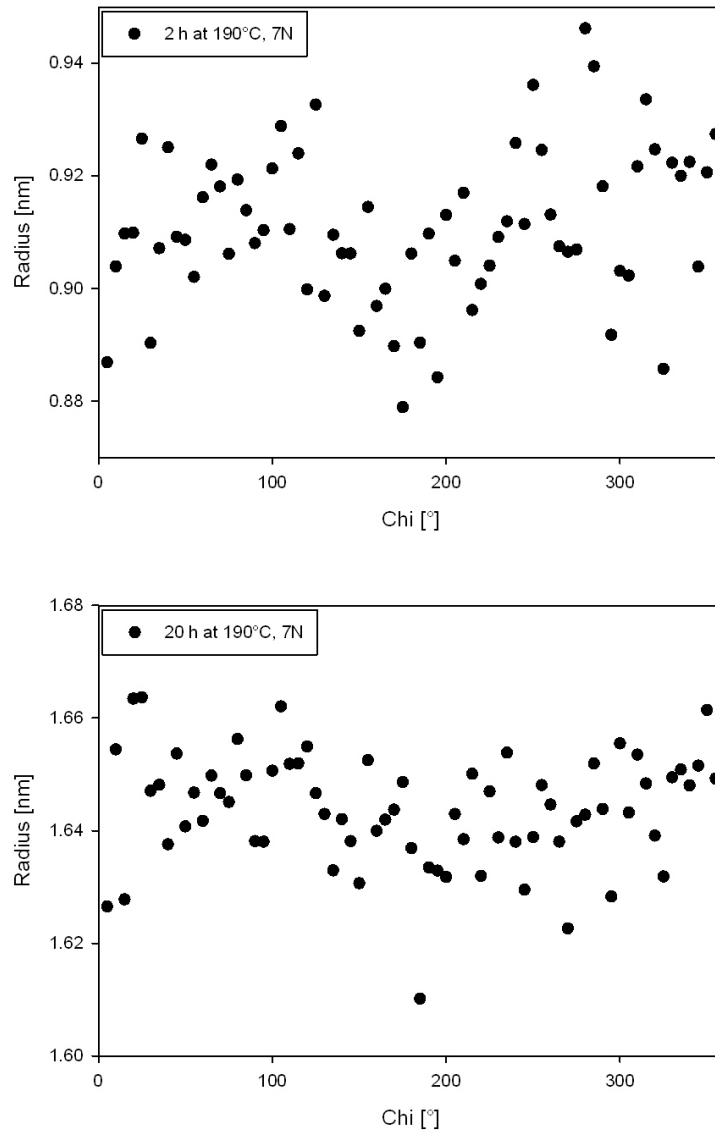


Abbildung 5.35: Oben: Winkelabhängige Radien nach 2 Stunden unter 5 N Last und 190 °C. Unten: Winkelabhängige Radien nach 20 Stunden unter 7 N Last und 190 °C

Diese Messreihe war insofern die letzte, da danach der U-förmige Ofen teilweise geschmolzen ist. Eigentlich hätte das Ofenmaterial eine Dauergebrauchstemperatur von 260 °C aushalten müssen, aber anscheinend wurden die Heizdrähte lokal heißer und brannten sich in das Trägermaterial ein.

Im nächsten Kapitel werden die Ergebnisse aus diesem Kapitel nochmals kurz zusammengefasst und ebenso mögliche Verbesserungsvorschläge aufgelistet.

6 Diskussion

6.1 Temperaturmessungen

Wie im Kapitel 5 des Öfteren erwähnt, weichen die Ergebnisse der beiden Auswertungsmethoden leicht voneinander ab. Der Grund für diese Tatsache ist folgender:

- Guinier-Fit: Die Methode des „Guinier“-Fits funktioniert nur solange, bis die Ausscheidungen einen Radius von ca. 3 nm erreicht haben (siehe 4.2.5). Danach wird der lineare Bereich so klein, dass nicht genügend Datenpunkte für einen aussagekräftigen Fit vorhanden sind. Daher kann man das Wachstumsverhalten der Ausscheidungen nur bis zu dieser Größe auf diese Weise untersuchen.
- Hard-Sphere-Modell: Hier ergibt sich ein anderes Problem. Am Anfang, wenn die Radien der Ausscheidungen noch relativ klein sind (bis ca. 2,5 nm), ist das Maximum der Streukurve (in doppellogarithmischer Auftragung) nicht stark genug ausgeprägt. Daher ist ein Fit mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells relativ ungenau. Ab dieser Größe allerdings ist ein exakter Fit möglich, sodass der Fehler klein wird.

Es scheint also, dass diese zwei Auswertungsmethoden einander perfekt ergänzen, um das Verhalten von Ausscheidungswachstum ab der Abschreckung, bei der die Teilchen eine Größe von nicht einmal 1 nm aufweisen, bis hin zu einer Größe von einigen Nanometern, zu untersuchen. Abbildungen 6.1 und 6.2 zeigen den Verlauf der Radienzunahme, ausgewertet mit beiden Methoden, im Überblick.

6 Diskussion

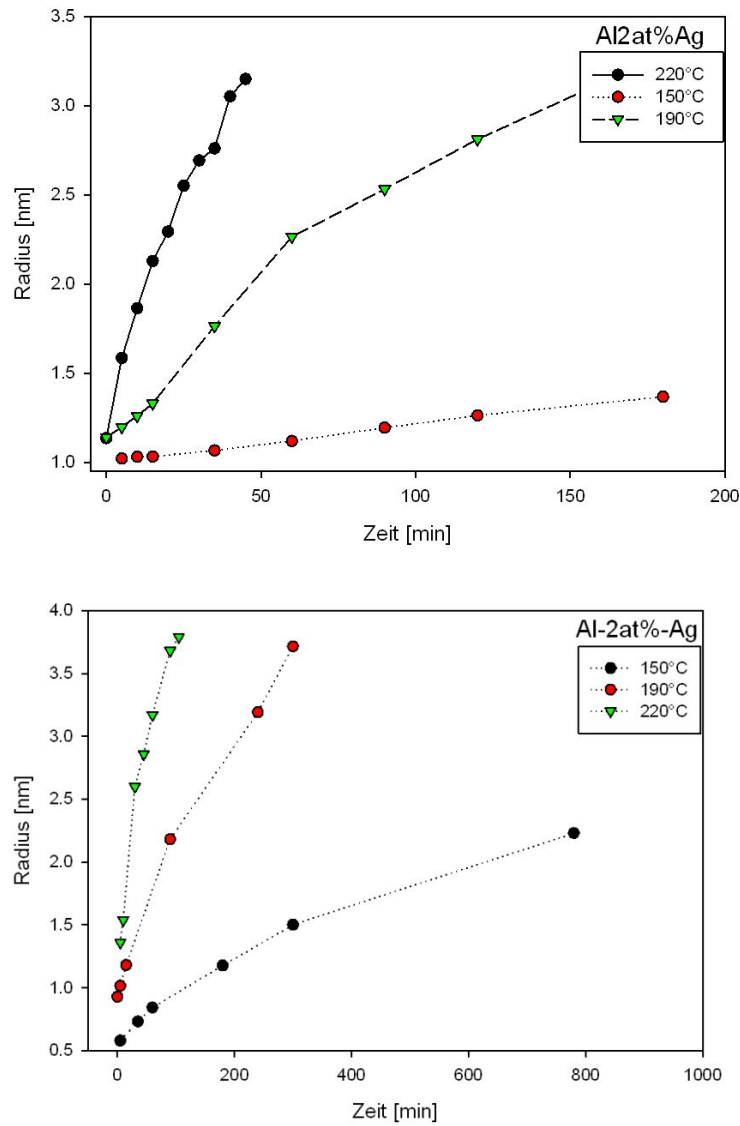


Abbildung 6.1: Der Verlauf der Radienzunahme für eine Al-2at%Ag-Probe bei den Temperaturen 150 °C, 190 °C und 220 °C (oben) ausgewertet mit Hilfe des Guinier-Fits (unten) mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells.

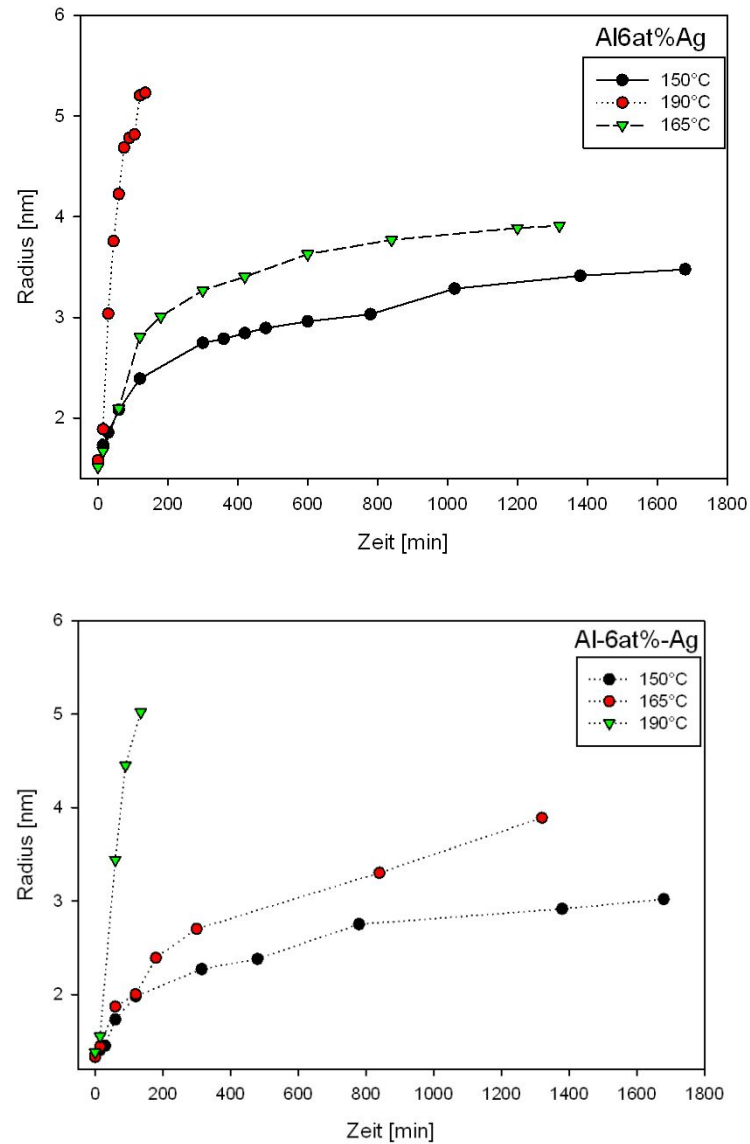


Abbildung 6.2: Der Verlauf der Radienzunahme für eine Al-2at%Ag-Probe bei den Temperaturen 150 °C, 165 °C und 190 °C (oben) ausgewertet mit Hilfe des Guinier-Fits (unten) mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells.

6 Diskussion

So ist ersichtlich, dass der Verlauf der Radienzunahme in beiden Auswertungsmethoden ähnlich ist, nur die Absolutwerte weichen etwas voneinander ab.

Analog geschieht das auch mit der Zunahme der Ausscheidungsabstände. In den Abbildungen 6.3 und 6.4 sind die mittleren Abstände, ausgewertet mit beiden Methoden, dargestellt.

6.1 Temperaturmessungen

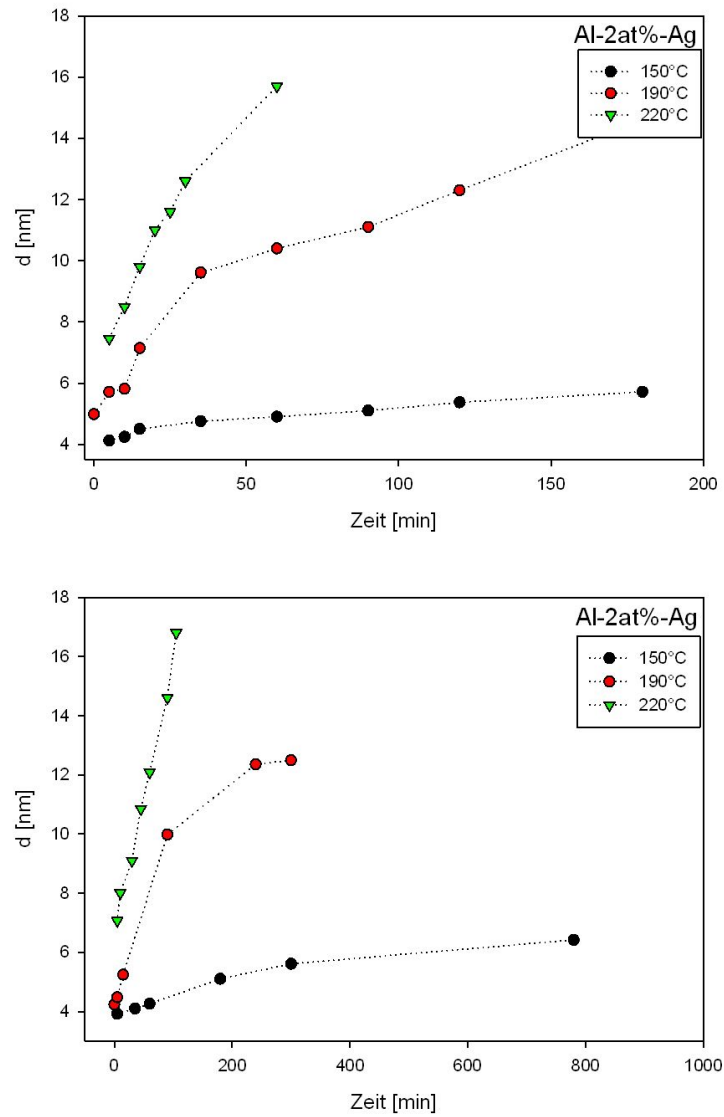


Abbildung 6.3: Der Verlauf der Abstandszunahme für eine Al-2at%Ag-Probe bei den Temperaturen 150 °C, 190 °C und 220 °C (oben) ausgewertet mit Hilfe des Guinier-Fits (unten) mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells.

6 Diskussion

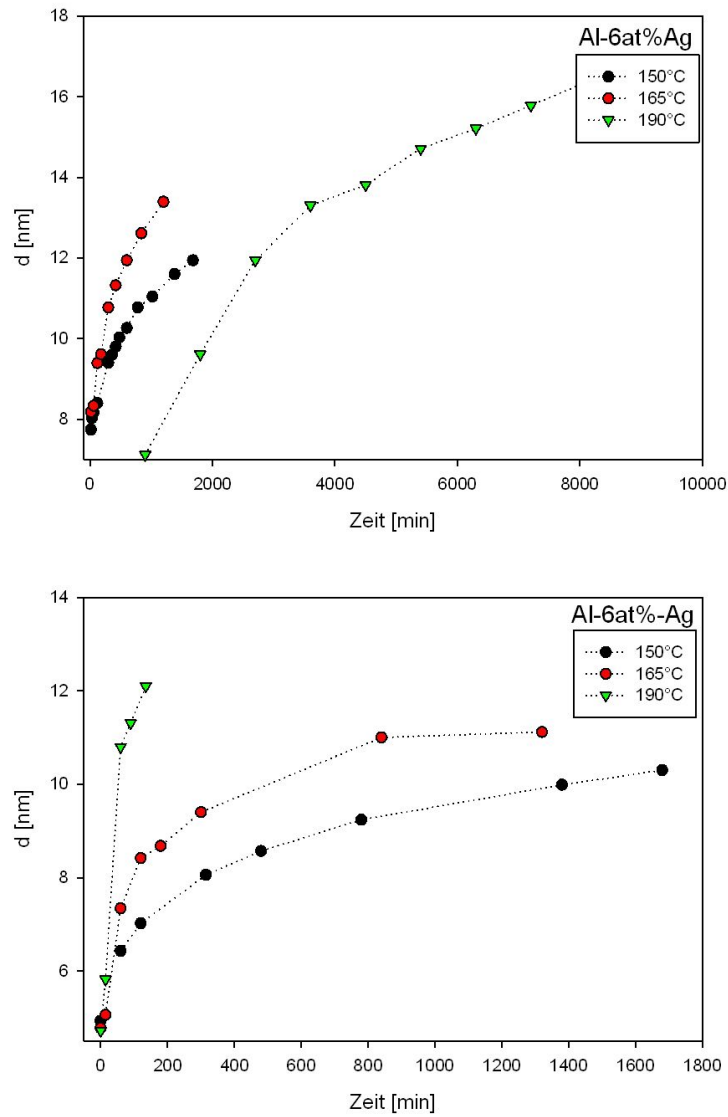


Abbildung 6.4: Der Verlauf der Abstandszunahme für eine Al-2at%Ag-Probe bei den Temperaturen 150 °C, 190 °C und 220 °C (oben) ausgewertet mit Hilfe des Guinier-Fits (unten) mit Hilfe des Hard-Sphere-Modells.

6.2 Lastmessungen

Wie schon bei der Datenauswertung besprochen, haben die Lastmessungen nicht den erhofften Effekt gezeigt. Man kann sich dafür, mit Hilfe von Abbildung 2.2 in Kapitel 2.1.3, einen möglichen Grund überlegen. In unseren Experimenten konnte der Parameter L , welcher als das Verhältnis der elastischen Energie zur Grenzflächenenergie definiert wurde, den kritischen Wert, ab dem eine externe Kraft eine Formveränderung hervorrufen kann, nicht erreichen. Warum man den kritischen Wert nicht erreichen konnte, und wie die experimentelle Methode eventuell verbessert werden kann, wird noch kurz diskutiert.

6.3 Ausblick

Es wurde im Rahmen dieser Arbeit vieles versucht, um eine Formveränderung der Ausscheidungen zu beobachten - vergeblich. Als eine der technischen Ursachen, weshalb die Lastmessungen keine zufriedenstellenden Resultate geliefert haben, ist mit Sicherheit der Ofen bzw. die nicht ausreichende thermische Isolierung der Probe anzunehmen. Diese Vermutung liegt insofern nahe, da die Ausscheidungen bei Verwendung des U-förmigen Ofens in der gleichen Zeit und bei gleicher Temperatur nicht die Größe erreicht haben, wie bei Einsatz des zylinderförmigen Ofens.

Hier würde man mit Sicherheit ein besseres Ergebnis erzielen, wenn man die Klemmbacken der Zugmaschine zum Beispiel mit einem Peltier-Element kühlen würde oder wenn man die Klemmbacken aus einem nicht wärmeleitenden Material herstellen würde, damit die der Probe zugeführte Wärme nicht abgeleitet werden kann. Man müsste auch mit Sicherheit einen neuen Ofen aus hitzebeständigerem Material herstellen, damit die Heizdrähte den Ofen nicht zum Schmelzen bringen.

Eine andere Lösungsmöglichkeit wäre, die Probe mittels Laserstrahlung oder fokussierende Halogenlampen zu beheizen. Dies wäre insofern effektiver, da man lokal viel höhere Temperaturen erreichen könnte, ohne dass man zusätzlich noch die Zugmaschine beheizt. Allerdings könnte es zu Platzproblemen in der Probenkammer der RKWS-Anlage kommen.

Als weitere Ursache ist auch eine zu niedrige angelegte Last an den Proben anzusehen. Um dieses Problem zu lösen, müsste man Proben herstellen, die an den Enden wesentlich dicker sind, sodass sie beim Einklemmen in die Klemm-

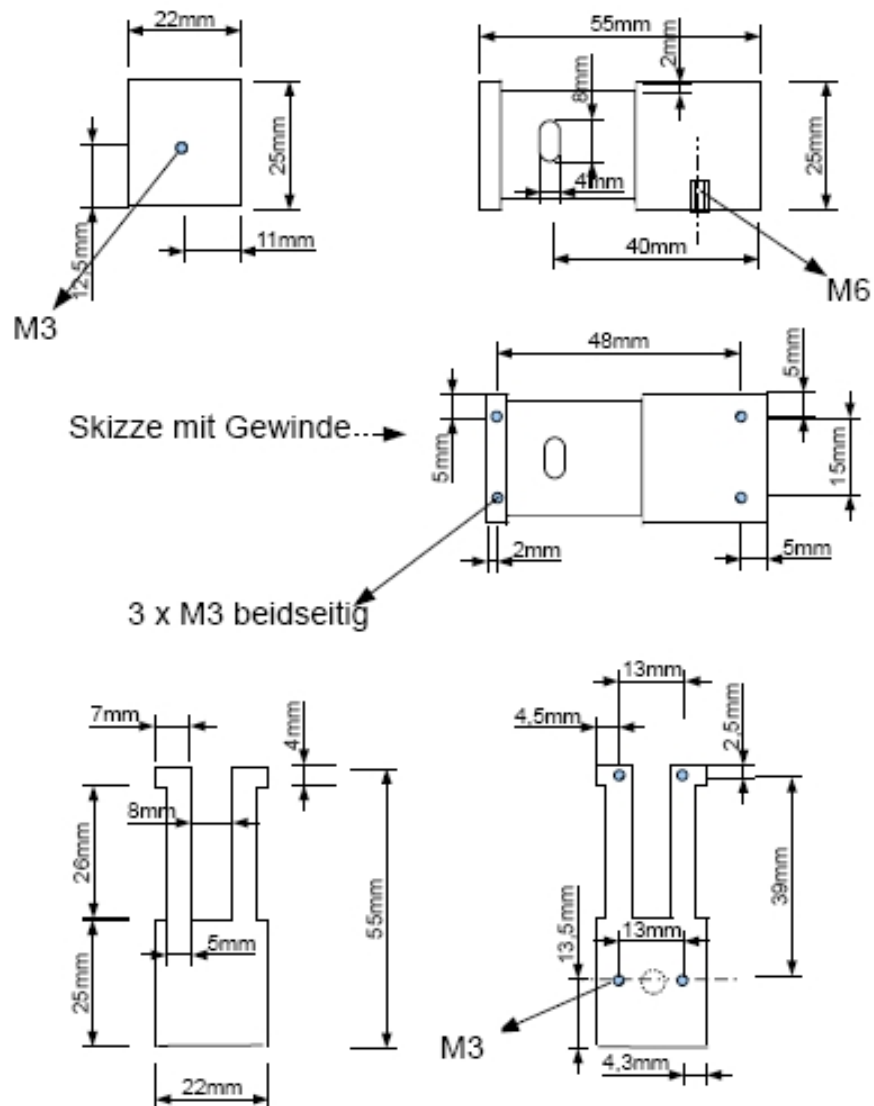
6 Diskussion

backen der Zugmaschine nicht reißen, aber an der Stelle, an der gemessen wird, erheblich dünner sind, so dass der Röntgenstrahl die Probe durchdringen kann. Damit könnten man eine viel höhere mechanische Spannung erreichen.

Inwieweit diese möglichen Fehlerursachen tatsächlich eine erfolgreiche Messung verhindert haben, kann nur vermutet werden. Jedenfalls wird man in der Zukunft versuchen, die oben genannten Verbesserungsmöglichkeiten in die Tat umzusetzen und die Versuchsanordnungen entsprechend zu adaptieren.

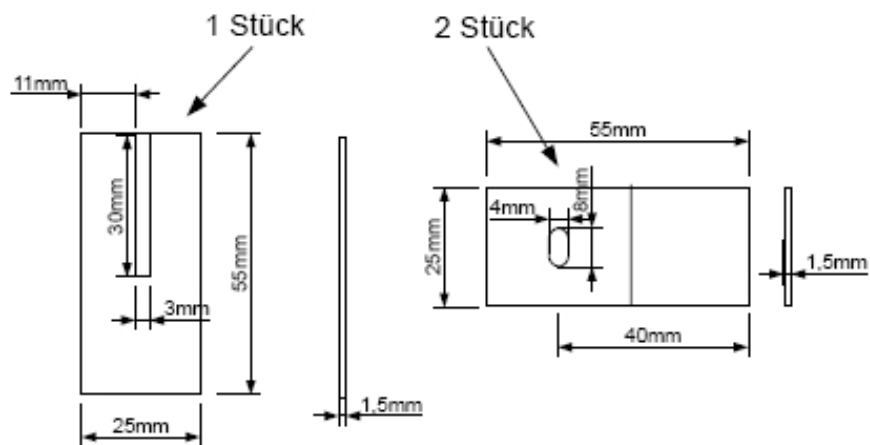
A: Technische Zeichnungen

U-förmiger Ofen aus PEEK (PolyEthylenEtherKeton):

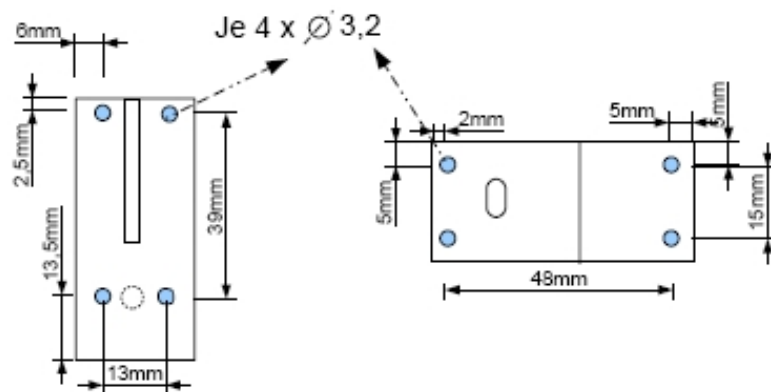


6 Diskussion

Deckplatten aus Teflon:



Skizze mit Bohrungen



Abbildungsverzeichnis

2.1	Kritischer Keimradius und Keimbildungsarbeit	6
2.2	Formbestimmende Faktoren	9
2.3	Strukturfunktion mit und ohne äußere Kraft	10
2.4	Bragg-Bedingung	13
2.5	Laue-Beugung	13
2.6	Streuvektor \vec{q}	17
3.1	Zugmaschine	24
3.2	Bestimmung von C_s mittels E-Modul im Zugversuch	25
3.3	Bestimmung von C_s mittels Extrapolation gegen $L = 0$	26
3.4	Ofen für die reinen Temperaturmessungen	27
3.5	Ofen für die Lastmessungen	28
3.6	Röntgenkleinwinkelanlage	29
4.1	Phasendiagramm von Al-Ag	32
4.2	Abschreckanlage	33
4.3	AgBeh-Streubild	35
4.4	Radiale Integration	36
4.5	Azimuthale Integration	36
4.6	Guinier-Fit	38
4.7	Vorgangsweise bei einer Cake-Integration	39
4.8	Streubild nach einer Cake-Integration	40
4.9	Hard-Sphere-Modell	42
4.10	Hard-Sphere-Fit	44
4.11	Zeitliche Entwicklung der Streubilder	47
5.1	Streukurven einer Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C	50
5.2	R und d aus dem „Guinier“-Fit für eine Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C	52
5.3	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C	53
5.4	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C	54
5.5	Streukurven einer Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C	55

Abbildungsverzeichnis

5.6	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C	57
5.7	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C	58
5.8	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 150 °C	59
5.9	Streukurven einer Al-2at%Ag-Probe bei 190 °C	60
5.10	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-2at%Ag-Probe bei 190 °C	62
5.11	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 190 °C	63
5.12	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 190 °C	64
5.13	Streukurven einer Al-2at%Ag-Probe bei 220 °C	65
5.14	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-2at%Ag-Probe bei 220 °C	67
5.15	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 220 °C	68
5.16	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-2at%Ag-Probe bei 120 °C	69
5.17	Streukurven einer Al-6at%Ag-Probe bei 150 °C	70
5.18	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-6at%Ag-Probe bei 150 °C	72
5.19	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 150 °C	73
5.20	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 150 °C	74
5.21	Streukurven einer Al-6at%Ag-Probe bei 165 °C	75
5.22	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-6at%Ag-Probe bei 165 °C	76
5.23	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 165 °C	77
5.24	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 165 °C	78
5.25	Streukurven einer Al-6at%Ag-Probe bei 190 °C	79
5.26	R und d aus dem Guinier-Fit für eine Al-6at%Ag-Probe bei 190 °C	80
5.27	R und d aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 190 °C	81
5.28	k aus dem Hard-Sphere-Modell für eine Al-6at%Ag-Probe bei 190 °C	82
5.29	Messaufbau bei den Lastmessungen	83
5.30	Doppellogarithmischer Auftragung der Streukurve für den Hard-Sphere-Fit	84
5.31	Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe unter 10 N Last	85
5.32	Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe unter 5 N Last	87

5.33	Radien in Abhängigkeit vom Azimuthalwinkel unter 5 N Last und 190 °C	88
5.34	Streubilder einer Al-2at%Ag-Probe unter 7 N Last	89
5.35	Radien in Abhängigkeit vom Azimuthalwinkel unter 7 N Last und 190 °C	90
6.1	Vergleich der Auswertungsmethoden an Hand der Radienzunahme der Al-2at%Ag-Proben	94
6.2	Vergleich der Auswertungsmethoden an Hand der Radienzunahme der Al-6at%Ag-Proben	95
6.3	Vergleich der Auswertungsmethoden an Hand der Abstandszunahme der Al-2at%Ag-Proben	97
6.4	Vergleich der Auswertungsmethoden an Hand der Abstandszunahme der Al-6at%Ag-Proben	98

Tabellenverzeichnis

4.1	Einige Daten der Legierungspartner	31
5.1	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 120 °C . . .	51
5.2	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 150 °C . . .	56
5.3	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 190 °C . . .	61
5.4	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-2at%Ag Probe bei 220 °C . . .	66
5.5	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 150 °C . . .	71
5.6	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 165 °C . . .	75
5.7	Entwicklung der Ausscheidungsradien R, errechnet aus den Guinier-Fits, und der Abstände einer Al-6at%Ag Probe bei 190 °C . . .	79

Literaturverzeichnis

- [1] H. Böhm. *Einführung in die Metallkunde*. BI Hochschultaschenbuch, Band 196, 1968.
- [2] Ch. Weißmantel und C. Hamann. *Grundlagen der Festkörperphysik*. Johann Ambrosius Barth Verlag, 4. Auflage, 1995.
- [3] L. M. Stadler. *Dynamics investigations in solids with coherent X-rays*. Dissertation, Universität Wien, 2000.
- [4] Gernot Kostorz. *Phase Transformations in Materials*. WILEY-VCH, 2001.
- [5] A. G. Khachaturyan. *Theory of Structural Transformations in Solids*. Wiley-Interscience Publication, 1983.
- [6] K. Thornton P.W. Voorhees, Norio Akaiwa. Dynamics of late-stage phase separation in crystalline solids. *Physical Review Letters*, Vol 86, No. 7, 1259-1262, 2000.
- [7] H. Gupta et al. Microscopic computer simulations of directional coarsening in face-centered cubic alloys. *Acta Mater.* **49**, 53-63, 2001.
- [8] W. Demtröder. *Experimentalphysik 3, Atome, Moleküle und Festkörper, 3.Auflage*. Springer Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 2005.
- [9] N. W. Ashcroft N. D. Mermin. *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag München Wien, 2001.
- [10] S. R. Stock B. D. Cullity. *Elements of X-Ray Diffraction, 3rd Edition*. Prentice Hall, 2001.
- [11] S. Pabisch. *Orientierung von Mesoporösen Strukturen*. Diplomarbeit, Universität Wien, 2008.
- [12] G. Peterlik P. Fratzl und K. Kromp. Pore structure of carbon/carbon composites studied by small-angle x-ray scattering. *Carbon*, Vol 32, No. 5, 939-945, 1994.

- [13] P. N. Pusey. Introduction to scattering experiments. *Elsevier Science B. V.*, 2002.
- [14] O. Kratky O. Glatter. *Small Angle X-Ray Scattering*. Academic Press, 1982.
- [15] W. Demtröder. *Experimentalphysik 1, Mechanik und Wärme, 3.Auflage*. Springer Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 2003.
- [16] Ernst W. Otten. *Repetitorium Experimentalphysik , 3.Auflage*. Springer Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 1998.
- [17] D. Loidl. *Einfluss einer Hochtemperaturbehandlung auf die mechanischen Eigenschaften von Kohlenstofffasern*. Diplomarbeit, Universität Wien, 2000.
- [18] F. Langmayr. *Untersuchung von Spätstadien der Legierungsentmischung mittels Röntgenkleinwinkelstreuung*. Universität Wien, Diplomarbeit, 1993.
- [19] P. A. Dubey. *Röntgenkleinwinkelstreuung an Al-Ag-Einkristallen: Frühstadien der Entmischung*. Dissertation, Eidgenössischen technischen Hochschule Zürich, 1990.
- [20] J. S. Pedersen. Analysis of small-angle scattering data from colloids and polymer solutions: modeling and least-squares fitting. *Advances in Colloid and Interface Science* **70**, 171-210, 1997.
- [21] D. J. Kinning and E. L. Thomas. Hard sphere interaction between spherical domains in diblock copolymers. *Macromolecules* **17**, 1712-1718, 1984.
- [22] G. Beaucage. Approximations leading to a unified exponential/power-law approach to small-angle scattering. *J. Appl. Cryst.* **28**, 717-728, 1995.
- [23] S. Trabelsi et al. Novel organo-functional titanium-oxo-cluster-based hybrid materials with enhanced thermomechanical and thermal properties. *Macromolecules* **38**, 6068-6078, 2005.
- [24] G. Peterlik und P. Fratzl. Small-angle x-ray scattering to characterize nanostructures in inorganic and hybrid materials chemistry. *Monatshefte für Chemie* **137**, 529-543, 2006.

Danksagung

Als erstes möchte ich mich bei Herwig Peterlik für die Möglichkeit bedanken, dass ich diese Diplomarbeit schreiben durfte und natürlich für seine unendliche Mühe und Geduld mit mir.

Als nächstes bedanke ich mich bei jedem Einzelnen aus der Arbeitsgruppe „Dynamics of Condensed Systems“, insbesondere bei Prof. Bogdan Sepiol, für die Bereitstellung der Proben, seine Hilfe bei der Präparation und für viele hilfreiche Diskussionen.

Ein besonderer Dank gebührt auch Michael Leitner, der mir bei vielen mathematischen Überlegungen zur Seite stand, sich meine Probleme mit Geduld und Interesse anhörte und zu vielen hilfreichen Lösungsansätzen beitrug.

Nicht zu vergessen auch Stephan Puchegger, der mir stets bei EDV-Problemen behilflich war, sowie unser Techniker Daniel Gitschthaler, der sich fürsorglich um meinen Ofen und um die Zugmaschine gekümmert hat und stets um die Behebung von Problemen bemüht war.

Silvia Pabisch danke ich für ihre Hilfe, wenn es wieder einmal Probleme mit der SAXS-Anlage gab und Martina Rohrer für ihre Hilfe bei der Probenherstellung.

Natürlich nicht zu vergessen meinem Freund Peter Lehner, der die letzten 6 Jahre hindurch echte Geduld bewiesen und mich stets unterstützt hat.

Und abschließend ein herzliches Dankeschön an all meine Freunde, ob PhysikerInnen oder nicht, für ihre Freundschaft und ihre Unterstützung, insbesondere meine Studienkolleginnen Tamara Pinterich und Teresa Torzicky für zahlreiche lustige Lernsessions im „Café-Frauschers“.

Lebenslauf

Personalien

Name: Johanna-Masume Akbarzadeh Moghadam
Geburtsdatum: 13. April 1984
Geburtsort: Wien, Österreich
e-Mail Adresse: johanna-masume.akbarzadeh.moghadam@univie.ac.at

Ausbildung

2004 - 2009: Diplomstudium der Physik an der Universität Wien
2003 - 2004: Studium „Technische Physik“ an der Technischen Universität Wien
Juni 2003: Matura
2000 - 2003: Realgymnasium BRG II Vereinsgasse, Wien
1994 - 2000: Mittelschule und Realgymnasium (Iran)
1992 - 1994: Volksschule (Iran)
1990 - 1992: Volksschule (L.A. - USA)

Berufliche Erfahrungen

2004-2009: Beschäftigt bei der „Schülerhilfe Humer“ als Nachhilfelehrerin für Mathematik und Physik
WS 2008: Tutorin für das Frauentutorium an der Universität Wien